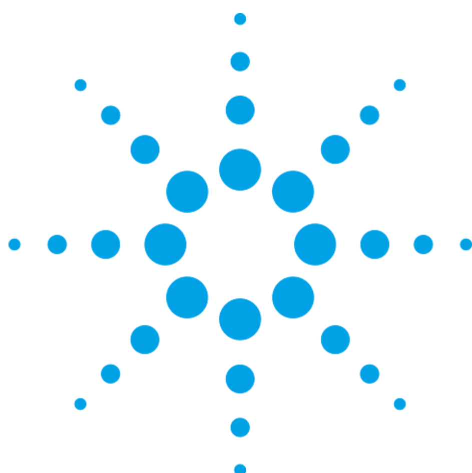


# CrysAlis$^{Pro}$

Oprogramowanie do gromadzenia i przetwarzania danych dla dyfraktometrów rentgenowskich

## Instrukcja

**Przeczytaj instrukcję obsługi dyfraktometru, szczególnie informacje o Zdrowiu i Bezpieczeństwie, zanim zaczniesz obsługiwać dyfraktometr używając CrysAlis$^{Pro}$**


**Wersja 4, wrzesień 2010**



**Agilent Technologies XRD Products**

10 Mead Road, Yarnton, Oxfordshire. OX5 1QU, UK

Tel:  +44 (0)1865 291600

Fax: +44 (0)1865 291601

http://www.agilent.com/chem




Agilent Technologies

# Spis Treści

# Spis Ilustracji

# 1. Wstęp

CrysAlis$^{Pro}$ to program zaprojektowany by zapewnić przyjazny użytkownikowi, prosty w obsłudze interfejs graficzny do zbierania i redukcji danych uzyskanych dzięki rentgenowskiej dyfrakcji pojedynczych kryształów.

Oparty na programach CrysAlis CCD i RED, CrysAlis$^{Pro}$ posiada o wiele więcej funkcji automatycznych. CrysAlis$^{Pro}$ to jeden, wielowątkowy program, który łączy funkcje starych programów CCD i RED i potrafi wykonywać oba równolegle.

CrysAlis$^{Pro}$ zapewnia bezpośredni dostęp do automatycznego zbierania i redukcji danych oraz najczęściej używanych funkcji w jednym, wielowątkowym programie, który potrafi wykonywać każdą z nich równolegle. Dodatkowo, opcjonalnie włączane tryb wiersza poleceń oraz okno historii pozwalają na dostęp do całego zakresu funkcji CrysAlis$^{Pro}$.

# 2. Instalacja CrysAlis^Pro

Aby zainstalować CrysAlis^Pro na komputerze podłączonym do dyfraktometru, należy mieć zapisany na komputerze następujący plik:

**CrysAlisPro171.xx.yy.exe** – Gdzie 171.xx.yy oznacza numer bieżącej wersji programu, a wartości xx oraz yy zmieniają się przy każdej aktualizacji programu.

Potrzebne są również pliki korekcyjne specyficzne dla danego dyfraktometru. Bez tych plików program CrysAlis^Pro nie będzie w pełni funkcjonalny. Aby uzyskać te pliki, skopiuj do komputera cały folder 'Corrections' z komputera dołączonego do dyfraktometru.

1. Kliknij dwukrotnie ikonę programu **CrysAlisPro171.xx.yy.exe** i postępuj zgodnie z instrukcjami pojawiającymi się na ekranie. Kiedy zostaniesz poproszony o wybranie elementów programu, które chcesz zainstalować, kliknij kwadrat obok opcji **PRO** i **HELP** (zaznaczenie pojawi się w kwadracie) i kliknij **Next**.
2. Po zakończeniu instalacji kliknij dwukrotnie ikonę CrysAlis^Pro, znajdującą się na pulpicie. Jeżeli po raz pierwszy instalujesz CrysAlis^Pro na Twoim komputerze, program może poprosić o plik set-up. W takim wypadku znajdź folder **Corrections** zapisany uprzednio na dysku i wybierz plik ***.par**. Kliknij **OK**.

Instalacja CrysAlis^Pro na innym, niepołączonym z dyfraktometrem komputerze, przebiega tak jak powyżej. Podczas pierwszego uruchomienia program poprosi o wskazanie zbioru danych, na którym ma pracować. Należy skopiować te dane na komputer, a także wskazać plik *.par gdy program o to poprosi.

## 2.1. Aktualizacje oprogramowania

CrysAlis^Pro jest ciągle wzbogacany w nowe funkcje i poprawki błędów. Ważne wersje programu zawierające istotne nowe funkcje są wydawane raz na około sześć miesięcy. W czasie pomiędzy wydaniem tych wersji, udostępniane są również wersje z drobnymi poprawkami. Najnowsze wersje oprogramowania można pobrać ze strony Forum forum.oxford-diffraction.com. Zarejestruj się na tej stronie, aby mieć dostęp do pobierania aktualizacji. Zalecane jest, aby użytkownicy obserwowali tę stronę i używali najnowszego oprogramowania.

Każda nowa wersja CrysAlis^Pro jest wydawana z opisem naprawionych błędów i nowych funkcji w stosunku do wersji poprzedniej. Informacje na ten temat można znaleźć w menu **Help** w zakładce odwołań/aktualizacji wersji (**Reference section/Version news**).

Gorąco zapraszamy użytkowników CrysAlis^Pro do zgłaszania wszelkich błędów w oprogramowaniu przez wysyłanie szczegółów na adres: XRDSupport@agilent.com. Jedynie dzięki otrzymywaniu raportów o błędach od doświadczonych użytkowników, błędy te mogą być identyfikowane i naprawiane. Pomysły na ulepszenie oprogramowania są również mile widziane i wszystkie są brane pod uwagę w trakcie tworzenia nowych modułów do przyszłych wydań CrysAlis^Pro.

# 3. Uruchamianie i zamykanie CrysAlis^Pro

## 3.1. Uruchamianie CrysAlis^Pro

Aby uruchomić CrysAlis^Pro kliknij dwukrotnie ikonę znajdującą się na pulpicie Windows. Jeżeli program zostanie uruchomiony na komputerze połączonym z dyfraktometrem Agilent, CrysAlis^Pro uruchomi się w trybie kontroli dyfraktometru CCD (online) i będzie zawierał możliwość kontroli CCD, kontroli urządzenia i wskazanie statusu CCD. Podczas uruchamiania program uruchomi urządzenie. Polecenia nie będą mogły być wykonywane przez program dopóki nie zakończą się wszystkie procedury uruchamiania sprzętu. Poczekaj aż status CCD zmieni się na gotowy (**ready**) zanim zaczniesz zadawać programowi polecenia do wykonania.

Jeżeli uruchomisz drugą kopię programu CrysAlis^Pro podczas, gdy jedna kopia CrysAlis^Pro jest już otwarta i kontroluje dyfraktometr, druga kopia uruchomi się jedynie w trybie redukcji danych (**data reduction/offline**) bez kontrolowania żadnego urządzenia i poprosi użytkownika o wybranie opcji 'experiment' aby pracować na istniejącym zbiorze danych. Nastąpi to także w przypadku, gdy dyfraktometr nie jest podłączony do komputera.

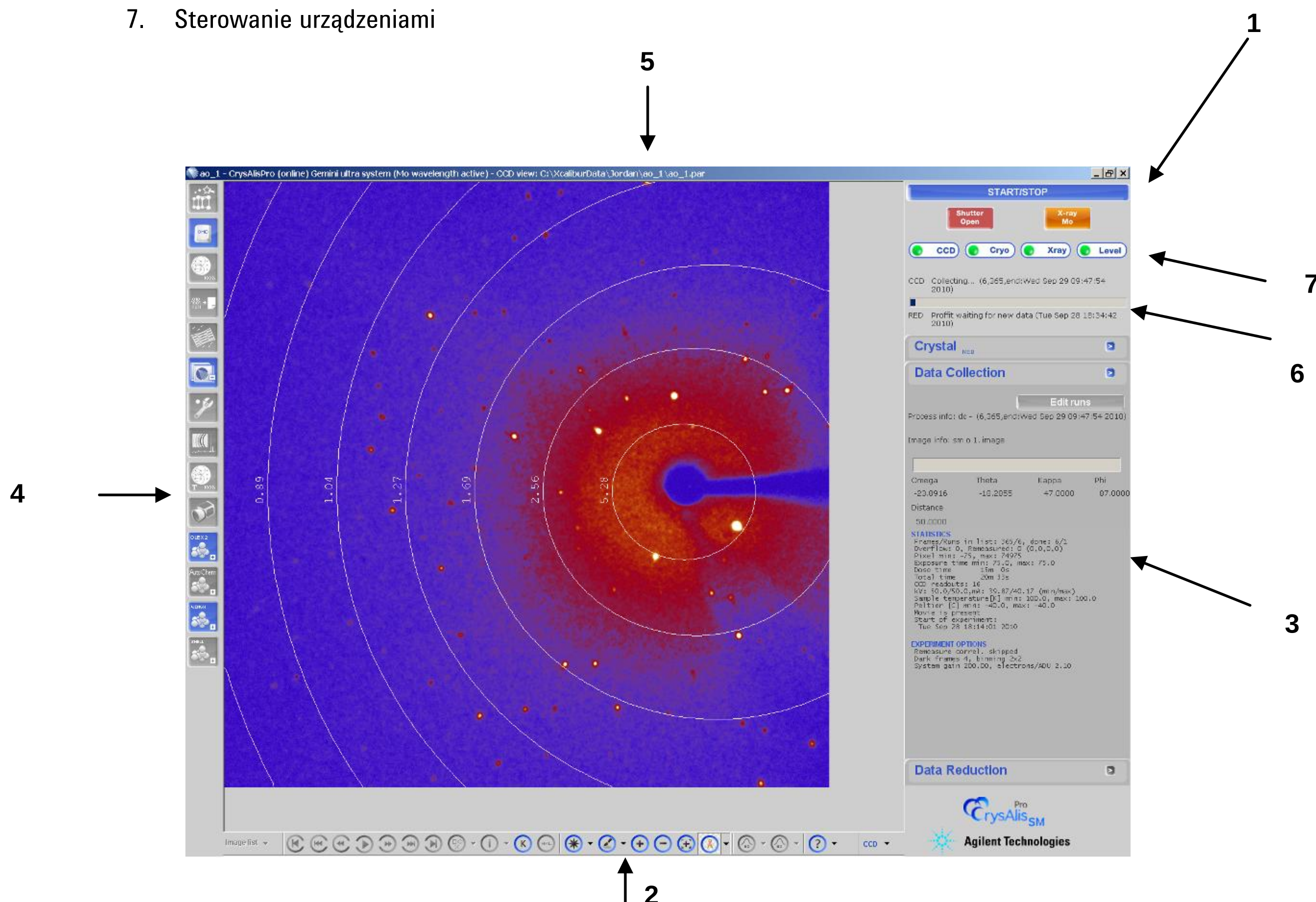
## 3.2. Zamykanie CrysAlis^Pro

Aby zamknąć CrysAlis^Pro, kliknij ikonę X w prawym górnym rogu ekranu CrysAlis^Pro. Jeżeli program będzie znajdował się w trybie CCD, pojawi się podpowiedź, aby wyłączyć generator. Dla systemów Microfocus zalecane jest, aby użytkownicy wyłączali generator, kiedy dyfraktometr nie jest używany. W przypadku wszystkich innych systemów, zależy to wyłącznie od indywidualnych preferencji użytkowników dotyczących zużycia energii w czasie, gdy system nie jest używany.

# 4. CrysAlis^Pro – układ graficzny i sterowanie

Interfejs graficzny użytkownika (GUI) programu CrysAlis^Pro składa się z wielu różnych obszarów. Zawierają one:

1. Przycisk START / STOP
2. Pasek kontroli obrazu
3. Karty informacyjne
4. Narzędzia Power Tools
5. Okno wyświetlające obraz/dyfrakcję (okno główne)
6. Obszar statusu
7. Sterowanie urządzeniami




*Ilustracja 1 CrysAlis^Pro - układ graficzny i sterowanie*

## 4.1. Start / stop

Najważniejszy przycisk interfejsu graficznego (GUI) CrysAlis^Pro to przycisk START / STOP. Funkcja tego przycisku zależy od aktualnie wykonywanego procesu, ale generalnie udostępnia szereg automatycznych funkcji takich jak:

- Automatyczne zbieranie danych i równoczesna redukcja danych
- Zatrzymanie wszystkich funkcji

- Uruchomienie samej redukcji danych
- W pełni automatyczna analiza (cell, red)
- Specjalne zbieranie danych
- Wykonanie dodatkowego, specjalnego zbierania danych
- Kontynuacja zbierania danych / eksperymentu wstępnego
- Kontynuacja wszystkich procesów (zbierania i redukcji danych)

# 4.2. Pasek kontroli obrazu

## 4.2.1 Ikony kontroli obrazu

| | |
|---|---|
| image list | • Lista obrazów |
| | • Poprzedni przebieg |
| | • Skocz do tyłu o 10 ramek |
| | • Poprzedni obraz |
| | • Włącz/zatrzymaj film kryształu |
| | • Następny obraz |
| | • Skocz do przodu o 10 ramek |
| | • Następny przebieg |
| | • Przewidywania |
| | • Informacja o pikselach/obszarze |
| K | • Informacje o głowicy/kątach goniometru |
| HKL | • Znajdź hkl |
| | • Tablica wyszukiwania |
| | • Tablica kolorów |
| | • Przybliż obraz |
| | Oddal obraz |

| | |
|---|---|
| | • Narzędzie Zoom localiser |
| | • Pierścienie rozdzielczości |
| | • Profil 2D pików (Profil liniowy) |
| | • Profil 3D pików Peak (Krzywa charakterystyczna odbicia) |
| | • Pomoc |
| CCD | • Widok (CCD/RED/USER) |

***Ilustracja 2 Ikony kontroli obrazu***

Poruszanie się do przodu i do tyłu pomiędzy obrazami dyfrakcyjnymi można kontrolować za pomocą ikon, ale także używając kółka myszki.

### 4.2.2 Lista obrazów (Image list)

Lista obrazów umożliwiająca otwieranie i zapisywanie obrazów dyfrakcyjnych. Opcje zawierają: **Open image with explorer** (otwiera obraz), **Save image** (zapisuje aktualnie wyświetlany obraz dyfrakcyjny), **Save image as** (zapisuje aktualny obraz dyfrakcyjny pod nową nazwą), **Save jpg** (zapisuje aktualnie wyświetlany obraz dyfrakcyjny jako obraz jpeg) oraz **Save bitmap** (zapisuje aktualnie wyświetlany obraz dyfrakcyjny jako obraz w formacie bitmap). Obrazy
w formatach bitmap oraz jpeg mogą być zapisywane z wyświetlonymi pierścieniami rozdzielczości i/lub przewidywaniami. Powiększone obszary obrazów mogą być zapisane przez wybór opcji zapisu widocznej części obrazu jako bitmapa lub jpeg (**Save visible part of image as bitmap or jpeg**).

### 4.2.3 Przewidywania (Predictions)

Kiedy komórka elementarna kryształu zostanie określona, pewne racjonalne przewidywania struktury mogą zostać naniesione na obraz dyfrakcyjny. Kliknięcie na ikonę **predictions** na pasku kontroli obrazów, włącza lub wyłącza przewidywania. Może to zająć kilka sekund zwłaszcza, gdy funkcja ta jest używana wraz z przyciskami sterowania filmem np. „play", gdzie wszystkie obliczenia wykonywane są z wyprzedzeniem. W razie wątpliwości sprawdź status w prawym górnym rogu ekranu GUI CrysAlis$^{Pro}$.

Przewidywania nanoszą: „krzyżyki", „romby" (lub „diamenty") i „kwadraty" by pokazać pozycje, w których program spodziewa się znaleźć odbicie, jeśli komórka elementarna jest prawidłowo określona. Są one zatem wykorzystywane jako wizualne sprawdzenie struktury komórki elementarnej i jakości kryształu. „Krzyżyk" zaznacza pozycje, w których odbicie jest przewidywane jako „wyśrodkowane" w danej ramce, „romb" pokazuje odbicia wyśrodkowane w poprzedniej ramce,
a „kwadrat" – odbicia wyśrodkowane w następnej ramce. (Uwaga: Jeżeli wyszukiwanie pików i indeksowanie nie zostały do tej pory przeprowadzone, zostanie wyświetlona domyślna komórka elementarna, która jest oczywiście niepoprawna).

### 4.2.4 Informacja o pikselach/obszarze (Pixel/area information)

Ikona **pixel /area information** włącza lub wyłącza półprzezroczyste okienko informacyjne, które pojawia się w głównym oknie. To okienko śledzi kursor znajdujący się na obrazie dyfrakcyjnym i pokazuje informacje na temat obrazu
w aktualnym położeniu kursora. Te informacje zawierają: aktualną pozycję względem osi X i Y w pikselach, Int(ensywność) w tej pozycji, indeksy H K L, L(orenza), T(heta) i R(ozdzielczość).

Przyciskając i przytrzymując lewy przycisk myszy można zakreślić prostokątne okno wokół obszaru/obiektu w oknie obrazu dyfrakcyjnego. Półprzezroczyste okienko wyświetli wtedy następujące informacje na temat zaznaczonego obszaru: początkowa pozycja okna w pikselach, rozmiar okna i końcowa pozycja w pikselach, maksymalna i minimalna intensywność oraz wartość sigma dla obrazu oraz dla tła.

### 4.2.5 Informacje o głowicy/kątach goniometru (Header information / K (goniometer angles))

Ikona **Header information / K (goniometer angles)** włącza okno u góry obrazu dyfrakcyjnego. To okno wyświetla różne informacje w zależności od tego czy komputer jest w trybie offline czy online (dotyczy goniometru).

W trybie offline okno wyświetla nazwę aktualnego obrazu i kąty, przy których został wykonany.

W trybie online okno wyświetla nazwę obrazu (oraz kąty, przy których został wykonany), a także aktualne kąty podawane przez goniometr. Okno zapewnia monitorowanie w czasie rzeczywistym tego, co dzieje się w urządzeniu.

### 4.2.6 Znajdź hkl

Jeżeli masz zindeksowaną komórkę elementarną, możesz kliknąć ikonę **find hkl**. Spowoduje to otwarcie okna dialogowego. Wprowadź żądane wartości H K L w polu u góry okna i kliknij **Search**. Jeżeli w aktualnym indeksie znajduje się taka wartość HKL, ramki, w których takie odbicie się znajduje zostaną podane w polu u dołu okna. Kliknięcie na odpowiedni obiekt w tym oknie spowoduje wyświetlenie danego obrazu, z zaznaczonym „+” odbiciem o żądanym HKL. Gdy znak „+” jest słabo widoczny możesz pomóc sobie używając pozycji xy w pikselach.

### 4.2.7 Tablica wyszukiwania (Look up table)

Tablica wyszukiwania (ikona **look up table**) wpływa na obraz wyświetlany w głównym oknie ekranu. Określa się w niej poziom obserwacji lub intensywności, powyżej którego odbicia (lub informacje o obrazie) są wyświetlane. Podnoszenie poziomu wyszukiwania wyświetla obiekty o wyższej intensywności i usuwa mniej intensywne efekty tła z wyświetlanego obrazu.

Poziom wyszukiwania może być podwyższany poprzez klikanie ikony (spowoduje to podnoszenie poziomu od 1 do 13 po czym kliknięcie spowoduje powrót do poziomu 1 itd.) lub przez kliknięcie strzałki po prawej stronie ikony. Aktywuje to wyskakujące menu, w którym pożądany poziom może zostać wybrany. Aktualnie wybrany poziom wyszukiwania jest zaznaczony po lewej stronie listy.

### 4.2.8 Tablica kolorów (Colour table)

Ikona **colour table** pozwala użytkownikowi na wybór spośród 11 kolorów, koloru używanego do wyświetlenia obrazu dyfrakcyjnego. Każde kliknięcie ikony **colour table** będzie powodowało zmianę koloru na kolejnych 11

opcji w kółko. Strzałka z prawej strony ikony wyświetla wyskakujące menu, używając którego można wybrać pożądany kolor. Aktualny kolor jest zaznaczony po lewej stronie wyświetlanej listy.

### 4.2.9 Przybliż obraz (Zoom in)

Ikona **zoom in** powiększa główny obraz dyfrakcyjny. Każde kliknięcie w ikonę spowoduje powiększenie obrazu o 2x do maksymalnego powiększenia 8x. Domyślnie powiększany jest górny lewy fragment obrazu. Używaj tej funkcji łącząc ją
z narzędziem **zoom localiser**.

### 4.2.10 Oddal obraz (Zoom out)

Ikona zoom out pomniejsza główny obraz dyfrakcyjny. Kolejne kliknięcia ikony pomniejszają obraz co 2x do maksymalnego pomniejszenia 1/8x. Używaj z funkcją **zoom localiser**.

### 4.2.11 Narzędzie Zoom localiser

Zoom localiser to ruchome półprzezroczyste okno wyświetlające cały obraz dyfrakcyjny (bez względu na powiększenie obrazu w głównym oknie). Okno **zoom localiser** włącza się i wyłącza klikając ikonę na pasku kontroli obrazu. W oknie tym powiększona część obrazu jest zaznaczona prostokątem, który może być przesuwany po całym obszarze okna. Przesunięcie prostokąta w oknie zoom localiser powoduje zmianę wyświetlanej powiększonej części obrazu w oknie głównym. Używaj funkcji **zoom localiser** wraz z funkcjami **zoom in** i **zoom out**.

### 4.2.12 Pierścienie rozdzielczości (Resolution rings)

Funkcję **resolution rings** włącza się i wyłącza klikając odpowiednią ikonę na pasku kontroli obrazu. Wyświetla ona linie (pierścienie) łączące stałe wartości „d" na obrazie dyfrakcyjnym w celu umożliwienia szybkiego, wizualnego sprawdzenia granic dyfrakcji/rozdzielczości kątowej. Domyślnie funkcja ta jest wyłączona. Dostęp do dodatkowych ustawień można uzyskać klikając na strzałkę po prawej stronie ikony **resolution rings.** Korzystając z tych opcji można wybrać większą liczbę pierścieni łączących stałą wartość „d" (od domyślnych 3 do 12), dodać etykiety wyświetlane na pierścieniach oraz wybrać kolor wyświetlanych pierścieni (czarny lub biały).

### 4.2.13 Profil 2D pików

Narzędzie **2D Peak profile** pozwala użytkownikowi na przeciągnięcie linii przez obiekt w głównym oknie dyfrakcyjnym
i uzyskanie dzięki temu dwuwymiarowego wykresu tego obiektu. W ten sposób można uzyskać profil odbicia (piku) w celu ułatwienia oceny jakości badanego kryształu. Idealne piki powinny posiadać wąski, ostry profil bez „garbów" po bokach. Profil jest wyświetlany w oddzielnym półprzezroczystym oknie, domyślnie pojawiającym się w lewym górnym rogu okna głównego.

Okno to może być powiększane lub pomniejszane poprzez kliknięcie w prawym dolnym rogu okna i rozciągnięcie w odpowiednim kierunku. Może zostać zamknięte przez kliknięcie ikony X w prawym górnym rogu oraz może być przesuwane przez przytrzymanie prawego przycisku myszki na oknie i przesunięcie myszki. Profil może zostać zapisany jako bitmapa lub jpeg przez kliknięcie ikony dyskietki w prawym górnym rogu okna. Dane z okna mogą także być zapisane jako plik tekstowy albo zapisane do schowka przez kliknięcie symbolu strzałki.

Półprzezroczystość okna oznacza, że profil pików (znajdujących się na obrazie dyfrakcyjnym pod spodem) może być wyciągnięty przez okno.

### 4.2.14 Profil 3D pików (Krzywa charakterystyczna odbicia)

Ta funkcja jest podobna do funkcji **2D peak profile**, ale generuje profil otrzymany z następujących po sobie ramek. Użytkownik musi zdefiniować rozmiary pola i obszaru wokół piku. Dostęp do tych parametrów uzyskuje się klikając strzałkę po prawej stronie ikony. Rozmiar pola powinien być dopasowany do rozmiaru odbicia. Uzyskane dane można zapisać lub skopiować do schowka klikając symbol strzałki.

### 4.2.15 Pomoc

Ikona **Help** oferuje dostęp do tematów pomocy w trybie online, informacji na temat wersji oprogramowania i listy komend.

### 4.2.16 Widok (View)

Ikona **View** przełącza tryby widoku. Więcej informacji na ich temat znajdziesz w sekcji **4.6.** Klikanie ikony View przełącza widoki pomiędzy trybami CCD, RED i USER. Górny pasek okna zmienia się pokazując który tryb widoku jest obecnie wyświetlany.

W trybie widoku CCD wyświetlane są obrazy uzyskiwane z urządzenia, ale nie jest możliwe ich modyfikowanie w trakcie zbierania danych.

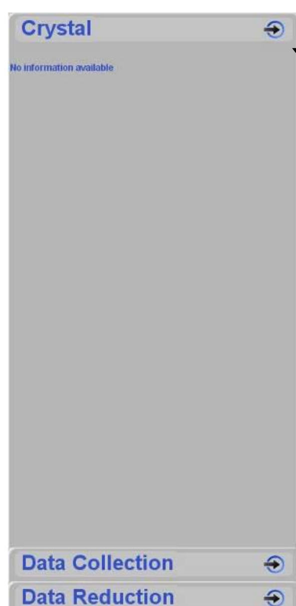
Widok RED wyświetla odpowiedź wizualną na zastosowaną operację redukcji danych, ale nie pozwala na żadną modyfikację obrazu w trakcie zbierania bądź redukcji danych.

W widoku USER możliwe jest wczytanie pojedynczego obrazu lub odtworzenie filmu oraz wykonanie różnych zadań związanych z analizą obrazu w trakcie gdy wykonywanie jest zbieranie i redukcja danych.

Jeżeli komputer nie jest podłączony do urządzenia (jest w trybie offline) jedynie tryby widoku RED i USER są dostępne.

Ramki odniesienia (jeśli zarejestrowane), maska przesłony wiązki, nakładka sieci odwrotnej do dokładnych obrazów
i opcje odejmowania tła mogą być wyświetlone przez kliknięcie strzałki po prawej stronie ikony **CCD/RED/USER**.

# 4.3. Karty informacyjne




*Ilustracja 3 Karty informacyjne*

Karty informacyjne wyświetlane są jako etykiety zlokalizowane po prawej stronie ekranu.

Aby wybrać kartę kliknij na tekst.

Symbole strzałek na każdej karcie informacyjnej oferują dostęp do dodatkowych funkcji:

Karta kryształu (**Crystal**) – Edycja wzoru chemicznego, Edycja komentarza, Pokaż film, Edycja kształtu kryształu, Dodaj wykonującego eksperyment, Dodaj notatki (plik *.txt).

Karta zbierania danych (**Data Collection**) – Pokaż wykresy zbierania danych, Pokaż rezultaty eksperymentu wstępnego.

Karta redukcji danych (**Data Reduction**) – Pokaż bliźniaczy plik log (jeśli dostępny), Stwórz raport (w formacie rtf lub html).

## 4.3.1 Eksperyment wstępny (Pre-Experiment)

Ta karta informacyjna jest pokazana tylko podczas automatycznego eksperymentu wstępnego i pojawia się gdy wciśnięty zostanie przycisk Start w oknie dialogowym eksperymentu wstępnego.

Wyświetalne w prawej części GUI CrysAlis^Pro, okno **Pre-experiment** może być zminimalizowane przez kliknięcie w karcie informacyjnej 'data collection'. Kliknięcie na nagłówek pre-experiment zmaksymalizuje to okno.

Okno pre-experiment zapewnia bezpośrednie połączenie między komórką elementarną, statystykami intensywności
i zdefiniowanymi ustawieniami użytkownika odnośnie automatycznego zbierania danych.

Gdy tylko pierwsza ramka zostanie zarejestrowana, automatyczne oprogramowanie zacznie dobierać komórkę elementarną. Gdy komórka elementarna zostanie znaleziona, informacja o niej będzie wyświetlona w oknie **pre-experiment** wraz z informacją dotyczącą jakości komórki (np. % zindeksowanych odbić), centrowania komórki i klasy Lauego. W trakcie gdy kolejne ramki będą zapisywane, komórka elementarna będzie na nowo determinowana co będzie skutkowało aktualizowaniem okna **pre-experiment** nową (lub ulepszoną) komórką elementarną. Dodatkowo będą wtedy wyświetlane informacje na temat proponowanej strategii zbierania danych, statystyki intensywności i proponowany czas ekspozycji do zbierania danych. Parametry te są zależne od początkowo określonej rozdzielczości i wartości I/sig. Mogą być one zmienione w trakcie eksperymentu wstępnego, co zmieni proponowaną strategię.

W trakcie zbierania danych w czasie właściwego eksperymentu, wyniki eksperymentu wstępnego mogą być wywołane przez kliknięcie na symbol strzałki znajdujący się na karcie informacyjnej **Data collection**. Sam eksperyment wstępny może być otwarty w dowolnym momencie przez znalezienie go w oknie dialogowym **Load experiment**, bądź przez znalezienie pliku .par z nazwą eksperymentu wstępnego w folderze Experiment.

### 4.3.2 Kryształ (Crystal)

Po zakończeniu eksperymentu wstępnego i w trakcie automatycznego zbierania danych, karta informacyjna **Crystal** wyświetla informacje na temat aktualnej komórki elementarnej, wzoru chemicznego próbki i wartości „z" oraz parametrów modelu. Dodatkowo wyświetlana będzie "przeciętna komórka elementarna" ('Average unit cell from Proffit') uzyskana
z algorytmu udokładniania komórki CrysAlis$^{Pro}$ Proffit oraz "ostateczna komórka elementarna dla wybranego obszaru" (Final unit cell for selected space group). Jest to istotne, gdyż na przykład w przypadkach, gdy strategia zbierania danych jest oparta na komórce o układzie jednoskośnym (z kątem β bliskim 90°) jest wysoce prawdopodobne, że zostanie wybrana rombowa grupa przestrzenna i dzięki temu komórka będzie przekształcona tak jak należy.

Okno **crystal** może być minimalizowane i maksymalizowane tak samo jak okno **pre-experiment**. Kliknięcie symbolu strzałki u góry karty pozwala uzyskać dostęp do kilku dodatkowych opcji, w tym edycji wzoru chemicznego. Jeżeli wzór jest edytowany w trakcie zbierania danych użytkownik musi poczekać do następnego cyklu redukcji danych (który następuje co 25 zarejestrowanych ramek), aby zmiany odniosły skutek. Jeżeli wzór zostanie zmieniony kiedy indziej, dane muszą zostać powtórnie przetworzone, aby zmiany wzoru odniosły skutek. (więcej w **Rozdziale 8**).

### 4.3.3 Zbieranie danych (Data collection)

W trakcie zbierania danych z dyfraktometru karta informacyjna **data collection** zawiera informacje o postępie procesu zmieniające się w czasie rzeczywistym, wyświetlając aktualne pozycje osi omega, theta, kappa i fi oraz odległość od detektora. Dodatkowo wyświetlany jest pasek postępu oraz przewidywany czas zakończenia zbierania danych. Czas zakończenia jest aktualizowany w trakcie zbierania danych, wziąwszy pod uwagę wymagane poprawki pomiarów ramek, których ilość jest przybliżana w początkowej fazie eksperymentu, ale później ciągle aktualizowana.

W zakładce **data collection** zbierane są informacje w trakcie zbierania danych z dyfraktometru. Podczas pracy w trybie offline te informacje są wyświetlane. Na przykład:

**Maksimum i minimum wskaźnika CCD Peltier w trakcie eksperymentu**

**Maksymalne i minimalne napięcie (KV) i natężenie (mA) na generatorze (jeśli jest podłączony)**

**Najwyższa i najniższa temperatura systemu Cryojet**

**Odbicia powtórnie zmierzone i przekraczające zakres and remeasured reflections**

**Maksymalny i minimalny czas ekspozycji**

**Data, czas itp.**

### 4.3.4 Data reduction (redukcja danych)

Informacje wyświetlane w tej karcie zależą od prowadzonego procesu redukcji danych.

Karta informacyjna Data Reduction wyświetla postęp i wyniki redukcji danych i określenia grupy przestrzennej. Odpowiedź wyświetlana w karcie zawiera informacje takie jak:

**Korekcja absorpcji, skalowania**

**Grupa przestrzenna**

**Informacje o indeksowanych korektach absorpcji**

**Wieloskładnikowe informacje z bliźniaczej redukcji danych**

**Wyniki ($R_{int}$, I/sig, Nadmiarowość, Kompletność etc).**

**Mozaikowatość**

W trakcie automatycznego zbierania i redukcji danych okno **data reduction** zacznie odpowiadać dopiero po pierwszych 25 zarejestrowanych ramkach, ponieważ dopiero od tego momentu rozpoczyna się proces redukcji danych. Dzieje się tak po to, aby program mógł wiarygodnie oszacować tło, używając 25 następujących po sobie ramek. Automatyczna redukcja danych będzie od tego momentu przetwarzać świeżo zebrane dane partiami po 25 ramek i będzie aktualizowała odpowiednio obszar odpowiedzi po to, aby do czasu zebrania ostatnich ramek prawie wszystkie dane były już ze sobą zintegrowane. To zachowanie programu jest funkcją domyślną, jednakże, jeżeli użytkownik chce raz jeszcze oszacować dane, może to zrobić używając narzędzi z grupy power tools.

# 4.4. Narzędzia Power tools

## 4.4.1 Ikony narzędzi Power tools

| | |
|---|---|
| | • Kreator sieci przestrzennej |
| | • Wiersz poleceń |
| | • Narzędzie strategii |
| | • Finalizacja danych |
| | • Finalizacja danych bliźniaczych |
| | • CrysAlis$^{Pro}$ |
| | • Narzędzie serwisowe |
| | • Dyfrakcja proszkowa |
| | • Wiele temperatur/długości fali w eksperymencie |
| | • Pojedyncze obrazy |
| | • Uruchom Shell |
| | • Uruchom WinGX (jeżeli zainstalowano) |
| | • Uruchom CCP4 (jeżeli zainstalowano) |
| | • Uruchom Olex$^2$ (jeżeli zainstalowano) |
| | • Uruchom Crystals launcher (jeżeli zainstalowano) |

| | |
|---|---|
| Jana | • Uruchom Jana (jeżeli zainstalowano) |
| AutoChem | • Uruchom Autochem (jeżeli zainstalowano) |

***Ilustracja 4 Ikony narzędzi Power tools***

### 4.4.2 Kreator sieci przestrzennej (Lattice Wizard)

Ikona **lattice wizard** uruchamia okno dialogowe, które daje dostęp do wszystkich funkcji związanych z siecią przestrzenną, za pośrednictwem graficznego interfejsu użytkownika (GUI). Narzędzie **lattice wizard** pozwala na półautomatyczne, jak również manualne, używanie tych funkcji w przypadku, gdy procesy automatyczne nie dadzą pożądanych rezultatów. GUI zapewnia:

**Wyszukiwanie pików**

**Określanie komórki elementarnej**

**Wizualizację sieci odwrotnej – z użyciem programu Ewald Explorer**

**Indeksowanie znaną komórką**

**Udokładnianie modelu instrumentalnego**

**Transformacje sieci przestrzennej**

**Bliźniakowanie i multikryształy**

**Niewspółmierności / Kwazikryształy**

**Wczytywanie i zapisywanie rezultatów pracy**

**Odtwarzanie zdjęć precesyjnych**

Interfejs graficzny zawiera ikonę każdej z wymienionych wyżej funkcji. Kliknięcie którejś ikony wykona kryjącą się pod nią funkcję automatycznie z wykorzystaniem ustawień domyślnych. Jeżeli użytkownik chce użyć innych ustawień lub zmienić zakres ramek itp., kliknięcie strzałki z prawej strony ikony spowoduje wyświetlenie większej ilości opcji. Więcej szczegółów dotyczących funkcji **lattice wizard** można znaleźć w **Rozdziale 7**.

### 4.4.3 Wiersz poleceń (Command line)

Ikona ta otwiera okno historii wraz z dołączonym wierszem poleceń. Z tego poziomu użytkownik ma dostęp do wszystkich istniejących (starszych i nowych) poleceń, co pozwala na maksymalną elastyczność konfiguracji i kontrolę programu. Cały eksperyment i obróbka danych mogą być wykonywane w tym trybie, bądź też okno to może zostać otwarte, by wprowadzić specjalne pojedyncze komendy. Większą część okna zajmuje okno historii, które jest zawsze aktywne. Oznacza to, że nawet w trybie automatycznym, w pełni kontrolowanym z poziomu GUI, okno historii jest aktualizowane
i można w nim odszukać interesujące użytkownika informacje. W trakcie pracy w trybie online, wpisywanie poleceń, które skutkują zmianą wyświetlanego obrazu wpłyną tylko na obraz w widoku, dla którego wpisywane są komendy. Tak więc, polecenia z karty RED będą dotyczyły obrazu w widoku RED, a polecenia z karty CCD będą dotyczyły obrazu w widoku CCD. Użytkownik musi ręcznie wybrać odpowiedni widok, który będzie odpowiadał na polecenia z wiersza poleceń. Na przykład, żeby kontrolować dyfraktometr i np. ustawić w nim kąty na wartości 30 30 30 30, użytkownik powinien kliknąć na kartę CCD, następnie kliknąć w wierszu poleceń i wpisać w nim: “gt a 30 30 30 30”. Okno wiersza poleceń może być otwierane lub zamykane w dowolnym momencie, można także zmieniać jego rozmiary. Szczegółowa instrukcja opisująca wszystkie dostępne polecenia otwiera się po wpisaniu:

„HELP" w wierszu poleceń. Dodatkowo, opisy poszczególnych komend i ilustracje pokazujące typowe ich użycie są dostępne po wpisaniu "COMMAND HELP" w wierszu poleceń. Można tam również znaleźć przycisk opcji, który oferuje dostęp do ustawień urządzeń oraz oprogramowania.

Narzędzie wiersza poleceń może być zamknięte przez kliknięcie przycisku "Close" znajdującego się w prawym dolnym rogu okna.

### 4.4.4 Kontrola rezultatów zbierania i redukcji danych

Otwarcie okna **Data finalisation** daje użytkownikowi dostęp do rezultatów procesu automatycznej redukcji danych poprzez pięć paneli w postaci kart. **Data reduction File contents** zawiera podsumowanie informacji na temat wymiarów komórki i macierzy orientacji użytych w procesie integracji, zakresu kątów, czasu ekspozycji, odległości detektora i liczby zarejestrowanych w każdym cyklu pomiarowym odbić.

Karta **Data reduction output** zawiera pełny rejestr automatycznego procesu redukcji danych. Dostępne są ustawienia generatora, temperatura w trakcie procesu rejestrowania danych, informacje na temat wszystkich powtórnie zarejestrowanych ramek, parametrów dopasowywania profilu, odrzuconych wartości odstających, skalowania, określania grupy przestrzennej oraz końcowych statystyk łączenia operacji, pozwalające na dogłębną analizą wszystkich aspektów procesu redukcji danych.

Karta **Data collection output** przechowuje informacje uzyskane w trakcie eksperymentu, szczególnie odnoszące się do powtórnie zarejestrowanych ramek i przekroczeń wartości. Ten rejestr wyświetla również problemy i błędy napotkane
w trakcie eksperymentu.

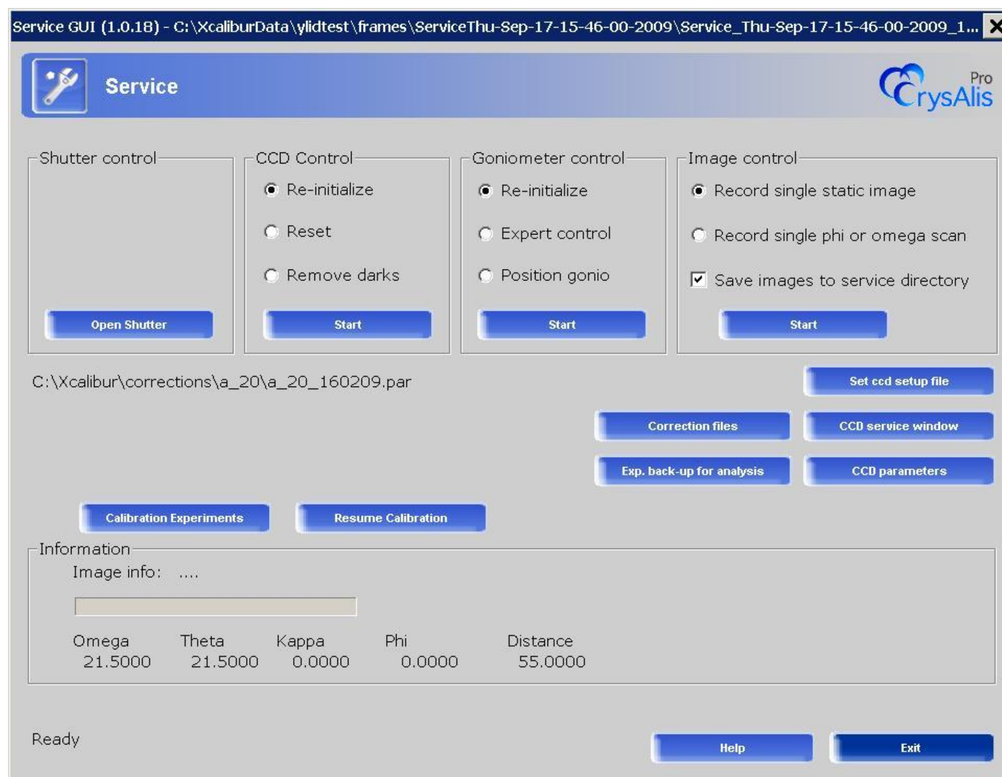
Okno **Red Graphs** wyświetla wizualne podsumowanie współczynników skalowania, wykres "ramka po ramce" $R_{int}$ oraz wiele porównań dotyczących zakresu i kompletności danych.

Karta **Devices Plots** zawiera graficzną informację o sprzęcie. W jej skład wchodzą: **Spellman/SuperN** (rejestr wartości napięcia i prądu dla użytkowników generatorów obsługiwanych przy użyciu oprogramowania), **CCDSCAM** (wykres temperatury CCD dla detektorów typu Eos, Atlas i Titan), **FIP60** ( taki sam wykres dla detektorów Sapphire, Ruby i Onyx), **Cryojet** (wykres temperatury i natężenia przepływu od numeru zarejestrowanej ramki) i dwa dodatkowe wykresy dla urządzeń XrayChiller i CCDChiller.

Okno to jest punktem dostępu do wszystkich funkcji modyfikacji danych po procesie redukcji danych. Narzędzie do tego celu jest oznaczone jako **Refinalization** i umożliwia: dostęp do numerycznej korekcji absorpcji, zmiany ustawień Laue, manipulowanie grupą przestrzenną oraz filtrowanie i obcinanie danych. Opcja **Inspection and Manipulation of Data** jest omówiona szczegółowo w **Rozdziale 8.**

### 4.4.5 Uruchom drugą kopię CrysAlis^Pro (Launch 2^nd instance of CrysAlis^Pro)

Opcja ta otwiera drugą kopię CrysAlis^Pro w trybie offline i przenosi wszystkie aktualne ustawienia takie jak nazwa eksperymentu, ustawienia urządzeń czy informacje o komórce elementarnej do drugiej kopii programu w celu umożliwienia niezależnej obróbki danych w trybie offline, oddzielnej od jakichkolwiek wykonywanych działań w oknie programu pracującego w trybie online.




***Ilustracja 5    Narzędzie serwisowe***

## 4.4.6 Narzędzie serwisowe (Service)

To narzędzie grupuje najczęściej używane polecenia serwisowe w jednym, określonym obszarze. W skład tych poleceń wchodzą: kontrola otwierania i zamykania migawki (shutter control), re inicjalizacja goniometru, re inicjalizacja CCD, czyszczenie bufora obrazu (karta clear Dark), bezpośrednia kontrola goniometru oraz wyszukiwanie znacznika bazowego (Mgcutil). Zapewania ono także dostęp do definiowania pliku z ustawieniami parametrów urządzenia. W przypadku wyłączenia interfejsu systemowego, konieczna jest reinicjalizacja goniometru przy użyciu narzędzia serwisowego,
co wykonuje się wybierając  **Gon reinit** i **Start**. Problemy dotyczące sterowania kołami i detektorem wymagają narzędzia **Mgcutil** lub **Expert Control**. Jednakże, radzimy w takim wypadku skontaktować się z serwisem lub napisać na adres XRDSupport@agilent.com przed próbą samodzielnego ręcznego ustawiana goniometru, gdyż wyłącza się wtedy automatyczna ochrona przed kolizją. Problemy z CCD często można naprawić wybierając opcje **Card reinit** lub **Reset FIP** i **Start**.

Więcej szczegółów na temat narzędzia serwisowego można znaleźć w **Rozdziale 7.**



**OSTRZEŻENIE**

**Okno mgcutil/Expert control jest jedynym narzędziem w CrysAlisPro , w którym nie występuje ochrona goniometru przed kolizją . Pomimo, że ostrzegające wiadomości pojawią się w trakcie sterowania kołami przy użyciu mgcutil,**

**narzędzie to powinno być używane jedynie przez doświadczonych użytkowników lub wykwalifikowanych pracowników firmy Agilent.**

### 4.4.7 Dyfrakcja proszkowa (Powder diffraction)

Narzędzie **powder diffraction** wykonuje różne funkcje w zależności od aktualnie pracującego wątku CrysAlis$^{Pro}$ (**CCD/RED/USER**). W trybie widoku **CCD** otwiera się pole dialogowe **powder experiment**. Użytkownik może tu podać ustawienia takie jak odległość detektora, czas ekspozycji, rozdzielczość i więzy skanowania fi aby wygenerować listę przebiegu do eksperymentu metodą proszkową. Aby rozpocząć eksperyment kliknij przycisk **Start with analysis** u dołu okna. Kiedy eksperyment zostanie zakończony wykres proszkowy będzie automatycznie wygenerowany ze skorelowanych obrazów dyfrakcyjnych.

Jeżeli przycisk powder diffraction zostanie kliknięty w trybie **RED** lub **USER,** pojawi się okno dialogowe z pytaniem, czy użytkownik chciałby pobrać wzór proszku z aktualnego eksperymentu. Ta funkcja pozwala użytkownikowi na wygenerowanie obrazu dyfrakcji proszkowej, wygenerowanego z ramek z eksperymentu dyfrakcji pojedynczego kryształu. Obraz jest budowany po obróbce ramek a na zakończenie wyświetlany jest wykres proszkowy.

Specjalistyczne polecenia, mogące służyć obróbce konkretnych obszarów obrazu dyfrakcji proszkowej to **powder azim**
i **powder radial**. Obszary zdefiniowane w tych poleceniach będą poszarzone na obrazie. Szczegółowe informacje na temat używania tych poleceń są dostępne w narzędziu pomocy w punkcie opisującym komendy (**Command Overview**).

Wszystkie otrzymane wykresy proszkowe są zapisywane w głównym folderze eksperymentu jako plik experiment_powder.dat. Plik jest w formacie tekstowym i może być wprowadzany do wielu specjalistycznych aplikacji.

Więcej szczegółów na temat narzędzi związanych z dyfrakcją proszkową można znaleźć w **Rozdziale 7.**

### 4.4.8 Eksperymenty z wieloma wartościami temperatury / długościami fali

Ta ikona daje dostęp do modułu, w którym można skonfigurować eksperymenty łączące różne temperatury oraz długości fali Mo i Cu. Narzędzie jest bardzo łatwe w obsłudze, a więcej informacji na jego temat można znaleźć w **Rozdziale 6.**

### 4.4.9 Pojedyncze obrazy (Single images)

W trakcie używania wątku CCD to narzędzie pozwala użytkownikowi wykonanie nieruchomych obrazów, skanów omega
i fi, a także zdjęć osiowych. W wątkach RED lub USER tylko opcja zdjęć osiowych (**Axial photographs**) jest dostępna.

Więcej szczegółów na temat właściwości trybu **single-image** można znaleźć w **Rozdziale 7.**

### 4.4.10 Uruchom WinGX

Ta ikona wysyła polecenie uruchomienia programu do rozwiązywania i udokładniania struktur krystalografiicznych WinGX, jeżeli jest on zainstalowany. Aktualna nazwa I folder eksperymentu zdefiniowane w CrysAlis$^{Pro}$ zostaną automatycznie załadowane. Zakładając, że dane zostały przetworzone, pliki *.ins, *.hkl i *.cif_od zostaną importowane do katalogu w głównym folderze z danymi, o ścieżce \struct\olex2_nazwa_próbki. Użytkownik będzie mógł wtedy przystąpić do rozwiązywania struktury wykorzystując pełen wybór narzędzi zawartych w WinGX.

### 4.4.11 Uruchom CCP4

Jeżeli zainstalowano, przycisk ten uruchamia komplet programów CCP4 do krystalografi białek.

### 4.4.12 Uruchom Olex$^2$

Ten przycisk uruchamia program do rozwiązywania i udoskonlania struktur krystalografiicznych Olex$^2$, jeżeli jest zainstalowany. Zakładając, że dane zostały przetworzone, pliki *.ins, *.hkl i *.cif_od zostaną importowane do katalogu
w głównym folderze z danymi o ścieżce \struct\olex2_nazwa_próbki. Te pliki będą zaimportowane bezpośrednio do programu, po czym struktura będzie mogła być rozwiązywana z wykorzystaniem narzędzi znajdujących się po prawej stronie ekranu.

Nowa wersja Olex2 1.1 jest w pełni obsługiwana przez CrysAlis$^{Pro}$. Użytkownik może także zainstalować kilka wersji programu równolegle. Wersja, która jest aktualnie wykorzystywana, jest wybierana w panelu opcji 'Programs'.

### 4.4.13 Uruchom Crystals

Jeżeli zainstalowano, przycisk ten uruchamia Crystals (narzędzie do rozwiązywania i udokładniania struktur napisane przez Davida Watkina z Uniwersystetu w Oksfordzie).

### 4.4.14 Uruchom Jana

Jeżeli zainstalowano, przycisk ten uruchamia Jana (program krystalograficzny skupiający się na rozwiązywaniu, udoskonalaniu i interpretowaniu trudnych, zwłaszcza modulowanych struktur). Opracowany przez Vaclava Petricka
z Instytutu Fizyki w Pradze. Ten program jest standardem przemysłowym wykorzystywanym do pracy z zestawami niewspółmiernych/modulowanych danych o strukturze.

### 4.4.15 Uruchom Autochem

Autochem to wtyczka programu CrysAlis$^{Pro}$ do automatycznego rozwiązywania i udokładniania struktur i jest ona dodatkowo płatną opcją. Autochem jest zaprojektowany, by pracować równocześnie z procesem zbierania danych, ale może też być uruchamiany po zakończeniu zbierania danych przez kliknięcie ikony na pasku narzędzi power tools. Pliki danych programu Autochem znajdują się w folderze autochem_nazwa_eksperymentu w katalogu **Struct**.

Więcej informacji na temat programu AutoChem znajduje się w **Rozdziale 7.**

## 4.5. Okno wyświetlające dyfrakcję / obraz

Największa część obszaru interfejsu graficznego CrysAlis$^{Pro}$ jest zajmowana przez obszar wyświetlania obrazów dyfrakcyjnych X-ray. Mogą być one wyświetlane w różnych rozmiarach i powiększeniach dostępnych poprzez funkcje zoom in/out.

## 4.6. Górny pasek okna

Górny pasek okna jest używany do informowania o tym, który wątek programu jest aktualnie wyświetlany w głównym oknie.

W CrysAlis^Pro występują 3 wątki:

1. **CCD** – używany przez dyfraktometr. W tym wątku wyświetlane są nowe obrazy dyfrakcyjne w trakcie gdy są zbierane i odczytywane z detektora CCD. Gdy dyfraktometr jest zajęty zbieraniem danych, funkcje dostępne
   w tym wątku są ograniczone do dostosowywania tablicy kolorów, tablicy wyszukiwania, pierścieni rozdzielczości. Można też zatrzymać zbieranie danych przy pomocy funkcji STOP, a także obserwować karty informacyjne.
2. **RED** – ten wątek może być używany do obserwowania całości lub partii zbieranych danych. Wątek RED może być wykorzystywany do obserwowania danych w trakcie zbierania ich przez dyfraktometr dopóki tryb automatycznej redukcji danych nie jest aktywny. W przeciwnym razie wątek RED pozwala użytkownikowi na obserwowanie postępu procesu redukcji danych.
3. **USER** – ten wątek pozwala obserwować i analizować obrazy / dane w trakcie, gdy zarówno wątek CCD jak
   i RED są aktywnie zaangażowane w, odpowiednio, zbieranie i redukcję danych. Wszystkie funkcje programu powinny być dostępne w tym wątku.

## 4.7. Obszar statusu

**Migawka otwarta/zamknięta (Shutter Open / Closed)**

Ta ikona odzwierciedla aktualny status migawki X-ray. **Open** (kolor czerwony) oznacza wystawienie na działanie promieni X, a **closed** (kolor zielony) brak wystawienia na działanie promieni X.

**Przycisk X-ray Mo or Cu**

Przycisk tej opcji jest widoczny tylko w systemie Gemini. Gdy się uruchamia, automatycznie wybiera źródło promieni X w zależności od tego jakie źródło było domyślnie ustawione. Aby zmienić źródło kliknij na przycisk, a następnie wciśnij OK w oknie, które się pojawi. Kiedy źródło zasilania przełączy się z jednego generatora na drugi, moc płynnie zmieni się do domyślnych wartości 20kV i 5 mA. Moc musi być wtedy ręcznie podniesiona do pożądanych wartości.




***Ilustracja 6 Wskaźniki statusu***

**CCD status**

Zapewnia odpowiedź aktualnego statusu wątku CCD.

**RED status**

Zapewnia odpowiedź aktualnego statusu wątku RED.

**Pasek postępu**

Pokazuje postęp aktualnego procesu, np. procent wykonania eksperymentu wstępnego lub procesu zbierania danych.

# 4.8. Kontrola urządzeń (Device control)

## 4.8.1 Oznaczenia ikon kontroli urządzeń

| | |
|---|---|
| CCD | • Kontroler głowicy detektora CCD |
| Cryo | • Kontroler przystawki niskotemperaturowej |
| Xray | • Kontroler generatora X-ray |
| IO | • Kontrola urządzenia IO (tylko w systemach SuperNova) |
| Level | • Kontroler wskaźnika poziomu ciekłego azotu |

***Ilustracja 7 Oznaczenia ikon kontroli urządzeń***

## 4.8.2 Kontroler głowicy detektora CCD

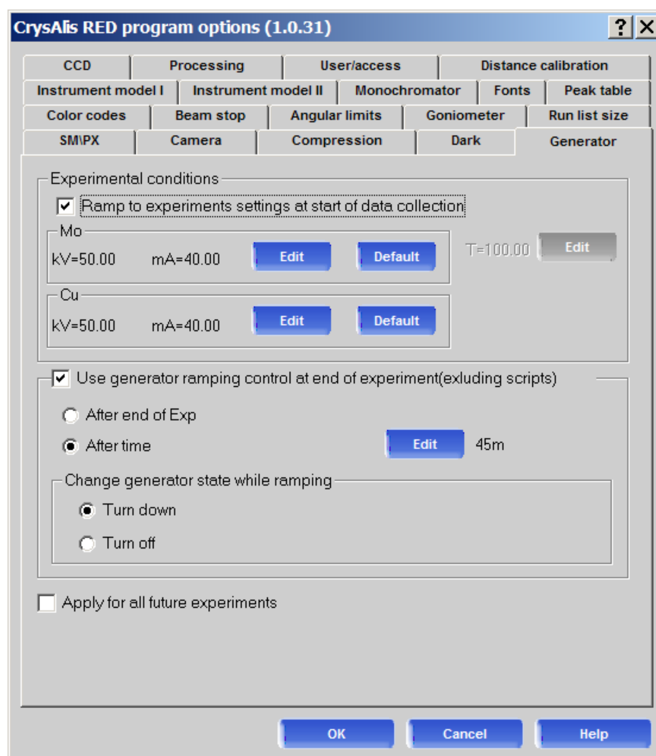
Kliknięcie tej ikony otwiera program do kontroli głowicy detektora CCD. Ekran powinien wskazywać temperaturę przebiegu i % mocy używanej do utrzymania tej temperatury. Temperatura powinna być zazwyczaj w przedziale -45 do -40 stopni Celsjusza a % mocy w przedziale 40-65%.

## 4.8.3 Kontroler przystawki niskotemperaturowej

Kliknięcie tej ikony otwiera program sterujący przystawką niskotemperaturową, która jest zainstalowana w systemie. Kliknięcie tej ikony prawym przyciskiem myszy pozwala na wybór obsługiwanej przystawki niskotemperaturowej spośród urządzeń: Nitrojet, Cryojet, Cryostream (600 i 700), Cobra, Helijet i Hotjet.

Najczęściej używanym urządzeniem jest Cryojet. U góry wyświetlanego okna monitorowana jest aktualna temperatura głowicy Cryojet (w kelwinach) a także moc wyjściowa (w %) i napięcie (V) ogrzewacza. Poniżej tych wskaźników znajdują się aktualnie nastawione wartości temperatury (K), status ogrzewacza (on/off) oraz natężenia przepływów dla osłony
i próbki (l/min).

By zmienić nastawioną temperaturę kliknij przycisk **Start** (jeżeli urządzenie nie jest jeszcze podłączone), następnie kliknij przycisk **Set** znajdujący się po prawej stronie, który pozwala na wprowadzenie nowego ustawienia temperatury, włącz lub wyłącz ogrzewacz i ustaw pożądane natężenia przepływu dla płaszcza (**shield**) i próbki (**sample**). Standardowo używa się wartości 10 l/min dla obu przepływów w trakcie ochładzania do nowej temperatury. Kiedy nastawiona temperatura zostanie osiągnięta, natężenia przepływów są redukowane do 6 l/min. Aby ograć Cryojet do temperatury pokojowej, używa się przepływów 3 l/min. Zazwyczaj przy każdej operacji moduł jest włączony. Pole status aktualizuje stan komunikacji pomiędzy programem kontrolującym i urządzeniem Cryojet. Przyciski „Log file” i „Start Log” dają użytkownikowi całkowitą kontrolę nad zapisem temperatury w trakcie eksperymentów, jednakże temperatura jest domyślnie automatycznie rejestrowana od początku procesu zbierania danych. Przycisk “COM Settings” pozwala na ręczną zmianę portu komunikacyjnego jeśli zajdzie taka potrzeba.




## 4.8.4 Kontroler generatora X-ray

Kliknięcie ikony **X-ray generator controller** pozwala użytkownikowi na dostęp do ustaweń generatora. U góry ekranu monitorowane są: aktualne napięcie (kv), natężenie prądu (mA) i moc (kW). Poniżej znajdują się wskaźniki aktualnie nastawionych wartości napięcia i natężenia prądu, a także odpowiedniego prądu żarzenia (A) i ograniczeń mocy (kW) dla każdego systemu. Przycisk „Emergency X-ray Off" natychmiastowo wyłącza generator i zatrzymuje wytwarzanie promieniowania X w nagłym wypadku. (Urządzenie musi w takim wypadku zostać wyłączone i włączone ponownie zanim ustawione zostaną nowe wartości napięcia i natężenia prądu). Przycisk Start/Stop uruchamia lub wyłącza komunikację pomiędzy oprogramowaniem i generatorem.

Jeżeli nie ma jeszcze komunikacji, kliknij START by połączyć się z generatorem. Użyj przycisku **Set kV and mA X-ray** aby ustawić nowe wartości. Typowe ustawienia zarówno dla generatora Mo jak i Co (systemy Xcalibur i Gemini) wynoszą 50kV i 40mA (jakkolwiek niektórzy użytkownicy preferują 40kV i 40mA dla Co). Dla systemów Microfocus (Mova i Nova), standardowe ustawienia generatora to 50kV i 0,8mA. Generator osiąga zadane wartości w sposób stopniowy
i kontrolowany. W przypadku zamknięcia okna zanim proces stopniowego osiągania pożądanych wartości zostanie zakończony, jedynie wartości występujące w momencie zamknięcia okna zostaną osiągnięte (proces zostanie zatrzymany).

W dolnej połowie okna X-ray znajdują się wskaźniki **Fault** i **Status**, które zapewniają odpowiedź stanu generatora. Podczas zwykłego użytkowania wskaźnik **Status** powinien wskazywać „active" (aktywny). Wskaźniki **Fault** informują
o problemach ze sprzętem w przypadku jakichkolwiek problemów z generatorem. Plik rejestru dla wydajności generatora jest automatycznie zaspisywany od początku eksperymentu i może być zawsze podejrzany przy użyciu przycisku **Plot**.

***Ilustracja 8 Kontrola generatora***

Kliknięcie prawym przyciskiem myszy na przycisk X-ray daje dostęp do opcji generatora (patrz Ilustracja 8). To menu kontroluje automatyczne stopniowe zmienianie ustawień generator przed i po eksperymentach. Generator może zostać zredukowany (Turn down) lub wyłączony (off) albo natychmiast po eksperymencie, albo po okresie bezczynności. W razie potrzeby, generator może się także włączyć do zdefiniowanych ustawień w momencie rozpoczynania nowego eksperymentu. To ustawienie jest zwłaszcza polecane dla systemów Microfocus, gdzie utrzymywanie lampy elektronowej w trybie ustawienia mocy "standby", gdy nie jest używana, wydłuża jej czas życia.

### 4.8.5 Kontrola urządzenia IO (tylko w systemach SuperNova)

Ten przycisk otwiera okno z dostępem do programu kontrolującego światła w obudowie i resetującego przycisk awaryjnego zatrzymania.

### 4.8.6 Kontroler wskaźnika poziomu ciekłego azotu

Ikona kontrolera poziomu ciekłego azotu wywołuje panel wskazujący poziom ciekłego azotu w zbiorniku (jeżeli jest podłączony moduł automatycznego napełniania). Poziom jest wyrażony jako procent pozostałej ilości ciekłego azotu, gdzie 100% oznacza, że zbiornik jest pełny.

### 4.8.7 Menu prawego przycisku myszy

Menu prawego przycisku myszy działa tylko wtedy, gdy ikona kontroli obrazu "i" (w oknie **pixel/area information**) jest NIEzaznaczona. Użycie prawego przycisku myszy na wyświetlanym obrazie dyfrakcyjnym wyświetli menu z wieloma opcjami:

**Integracja pikseli (Pixel integration)**

Wybierz pik najeżdżając na niego kursorem myszy, kliknij prawy przycisk myszy. Informacje takie jak zintegrowane I/sigma i tym podobne są wyświetlane dzięki czemu można sprawdzić poprawność czasu ekspozycji.

**Wyszukiwanie pików z pojedynczej ramki (Single frame peak hunting)**

Wybierz aby znaleźć wszystkie piki na danej ramce i dodać je do tabeli pików.

**Dodaj pik (Add peak)**

Służy do wybrania pojedynczych pików aby dodać je do tabeli pików, najedź kursorem nad pik i kliknij prawy przycisk myszy aby dodać pik.

**Zamiana wartości pixeli (Pixel value replacement)**

**Kopiuj zaznaczenie (Copy selection)**

**Usuń tło (Remove background)**

Czyści szumy tła z obrazu dyfrakcyjnego.

**Półprzezroczyste okna wł/wył (Semi-transparent windows on/off)**

Przełącza wszystkie półprzezroczyste okna pomiędzy widokiem nieprzezroczystym i półprzezroczystym.

# 5. Podstawowe operacje

Wykonując podstawowe operacje CrysAlis$^{Pro}$ pracuje w trybie automatycznym. Tryb automatyczny składa się z trzech głównych części::

1. **Eksperyment wstępny (Pre-experiment)** – krótki eksperyment przeprowadzany w celu wyznaczenia jakości dyfrakcji promieni X na krysztale.
2. **Strategia (Strategy)** – wyznaczenie najlepszej metody zbierania danych przy użyciu określonych ustawień.
3. **Zbieranie danych (Data collection)** – redukcja danych i finalizacja.

Zalecane jest, aby przed uruchomieniem eksperymentu wstępnego sprawdzić ustawienia generatora i urządzenie sterujące Cryojet, aby upewnić się, że sprzęt jest odpowiednio skonfigurowany. Aby sprawdzić te ustawienia, należy kliknąć przyciski **Cryo** i **X-ray**.

## 5.1. Ustawianie kryształu i jego wyśrodkowanie (F12)

Aby wykonać te czynności, wciśnij klawisz F12. W efekcie goniometr nie będzie sterowany przez komputer, lecz przy pomocy urządzenia ręcznego sterowania w obudowie, lub przy pomocy urządzenia zdalnie sterującego (w systemach SuperNova). Wyśrodkowanie kryształu jest najłatwiejsze, gdy goniometr znajduje się w niskim położeniu (**lower**).

Można również kliknąć przycisk „ustaw próbkę” (**Mount Sample**) w oknie eksperymentu wstępnego. Szczegółowa procedura ustawiania kryształu podana jest poniżej.

## 5.2. Eksperyment wstępny

1. Aby uruchomić tryb automatyczny, kliknij przycisk **START/STOP** w prawym górnym rogu GUI CrysAlis$^{Pro}$.

   Otworzy się okno dialogowe, umożliwiające użytkownikowi działanie.

2. Kliknij **START NEW.** Pojawi się okno ustawień.

   Nowy eksperyment otrzyma domyślną nazwę, np. Exp_1, Exp_2 itd. oraz zostanie zapisany w nowym folderze zlokalizowanym w katalogu C:\Xcalibur. Użytkownik może zmienić zarówno lokalizację tego folderu, jak również nazwę eksperymentu klikając przycisk zmieniający lokalizaję źródłową (**Browse for root directory**) i wpisując nazwę eksperymentu w polu tekstowym w etykiecie **Name**. Wciśnięcie przycisku **Return** w tym momencie może spowodować rozpoczęcie eksperymentu. Zmiany w istniejących eksperymentach nie są możliwe, jednakże przycisk **Clear folder** (Wyczyść folder) pozwala na usunięcie dowolnego folderu. Nazwa eksperymentu usuniętego wraz z folderem może być powtórnie użyta. W okienku przeglądania dostępne są również standardowe funkcje Windows, jak **rename** (zmień nazwę), **delete** (usuń) itd. Aby uzyskać do nich dostęp, należy kliknąć prawy przycisk myszy.

   Jeśli posiadasz wstępne informacje na temat kryształu, dobrym wyjściem jest wpisanie ich w tym oknie. Na przykład Wzór chemiczny (**Chemical formula**) zostanie zapamiętany w programie i wystąpi w poprawce na absorpcję pliku *.ins i w podsumowaniu. W polu **Chemical formula** rozpoznawane są nawiasy kwadratowe
   i powszechnie stosowane skróty, np. Me, Et, Ph.

*Ilustracja 9    Okno dialogowe ustawień eksperymentu wstępnego*

3. Kliknij przycisk **Mount Sample**, aby ustawić próbkę



**OSTRZEŻENIE**

**W razie konieczności awaryjnego zatrzymania pracy urządzenia wciśnij przycisk 'STOP' w module sterowania zdalnego na klawiaturze. Ruchem goniometru i detektora CCD można sterować zdalnie.**

- Wciśnięcie przycisku ustawiania kryształu powoduje, że sterowanie będzie odbywało się nie z komputera, ale poprzez jednostkę sterowania zdalnego znajdującą się w obudowie.
- Wciśnij przyciski **0** / **HOME** w sterowaniu zdalnym, aby ustawić wartości kąta goniometru na wartość zero / home (wartość początkowa).
- Ustaw głowicę goniometru z kryształem poruszając ją w kierunkach xyz. Zazwyczaj kryształ jest przyklejony na szczycie włókna szklanego.
- Wciśnij **Lower** w urządzeniu zdalnie sterującym. Spowoduje to ustawienie goniometru w pozycji właściwej do optycznego wyśrodkowania kryształu.



**INFORMACJA**

**W tym przypadku pojęcia lower (niżej) i upper (wyżej) odnoszą się do położenia szklanego pręcika na podglądzie video.**

- Użyj narzędzia dołączonego do głowicy goniometru w celu ustawienia położenia kryształu w pionie i poziomie
  w taki sposób, aby kryształ nadal znajdował się na środku obrazu video.
- Aby obrócić kryształ o 180 stopni, wciśnij **180** na urządzeniu zdalnie sterującym. Jeśli położenie kryształu
  w poziomie zmieniło się, ustaw wartość tego położenia na około połowę odległości, o którą przesunął się kryształ, w kierunku przeciwnym do ruchu. Wciśnij **0** i powtarzaj procedurę, aż obrót kryształu przestanie powodować jego przesuwanie.
- Powtarzaj powyższy proces, obracając kryształ o kąt od **90** do **270** stopni.
- Wciśnij **Upper** na urządzeniu zdalnie sterującym. Goniometr podniesie się tak, że jego głowica znajdzie się za kolimatorem. Jeśli położenie kryształu w poziomie zmieniło się, skoryguj to jak wyżej i powróć do niższego (**lower**) położenia. Powtarzaj proces, dopóki położenie w poziomie pozostanie niezmienne podczas przechodzenia z pozycji wyższej (**upper**) do niższej (**lower**).
- Wciśnij **Lower** i sprawdź wyrównanie kryształu przy obracaniu go o kąt pomiędzy 0 i 180 oraz 90 i 270 stopni.
- Aby ustawić goniometr z powrotem w pozycji zero, wciśnij **0** i **Home.**
- Kliknięcie **Close** na ekranie powoduje zamknięcie procedury wyrównania. Sterowanie goniometrem będzie odbywało się z komputera. W tym momencie niemożliwe jest użycie urządzenia zdalnie sterującego.

4. Aby zarejestrować obracanie sie kryształu o 360°na filmie, lub wykonać zdjęcie kryształu, kliknij przycisk Movie (film) lub Video Snap (pojedyncze zdjęcie).
5. Informacje na temat kryształu takie jak: czy jest to białko (**protein**), czy substancja małocząsteczkowa (**small molecule**), rozmiar kryształu (**crystal size**), objętość komórki elementarnej **(cell volume)**, graniczne wartości dyfrakcji (**diffraction limits**), oraz czy pomiar odbywa sie w niskich temperaturach (**low temperature data collection**) zostaną użyte do korekcji pomiarów w odbywającym się eksperymencie wstępnym (możesz śledzić zmiany wprowadzane do eksperymentu na środku okna dialogowego). Dzięki zaklasyfikowaniu kryształu jako białko lub małą cząsteczkę podczas eksperymentu wstępnego, przy zbieraniu danych i redukcji danych, będą zastosowane pewne szczególne parametry domyślne. Na przykład, wybranie białka (**Protein**) spowoduje zastosowanie inteligentnego obliczenia tła (**Smart background**) w procesie redukcji danych, podczas gdy tryb małej cząsteczki (**Small molecule**) wiąże się z użyciem standardowego obliczenia tła (**Average background**).Poza tym, redukcja danych dla białka wymaga użycia domyślnej, złożonej z 2 cykli redukcji danych 3D.
6. Podczas eksperymentu wstępnego zazwyczaj 5-20min jest poświęcanych na zebranie danych w celu wyznaczenia jakości kryształu i na zdobycie informacji potrzebnych do wybrania odpowiedniej strategii zbierania danych.
   W przypadku naświetlania lampą molibdenową (Mo) eksperyment wstępny stosuje 3 ortogonalne przebiegi, po 5 obrazów każdy. W przypadku naświetlania lampą miedziową (Cu), gdzie na ogół stosowanych jest kilka ustawień theta, przeprowadzanych jest więcej przebiegów i zbieranych jest więcej obrazów.

7. Lista przebiegu eksperymentu wstępnego może być korygowana ręcznie używając przycisku **dc editruns**. Można również wybrać preferowaną odległość detektora klikając przycisk '**Detector = ?? mm**.

8. Przycisk **Scale exp. time** pozwala na zmodyfikowanie czasu ekspozycji przy pomocy czynnika skalowania, który jest dobierany automatycznie przez program. Przycisk **Scale Exp. time (theta shells)** umożliwia użycie różnych czynników skalowania w eksperymencie wstępnym, w którym stosuje się więcej niż jedno ustawienie theta. Jest to najistotniejsze w przypadku używania lampy Cu, a także Mo przy dużej rozdzielczości. Na przykład, jeśli czas naświetlania to 5 sekund dla wszystkich 6 przebiegów badania z naświetlaniem Cu z dokładnością do 0.84 Å, przyporządkowanie czynnikom skalowania wartości 2 i 8 odpowiada 10 i 40 sekundom naświetlania dla niskich
i wysokich pozycji kąta theta.

9. Strefa ustawień trybu auto w tym samym oknie umożliwia nałożenie ograniczeń na strategię zbierania ostatecznych danych. Po wybraniu opcji **Auto Start** program będzie automatycznie kontynuował zbieranie ostatecznych danych aż do końca eksperymentu wstępnego.

10. Opcja nagrywania filmu podczas zbierania danych (**Record Movie during dc**) (jeśli jest aktywna) automatycznie nagrywa ruch kryształu na początku zbierania danych. To nagranie może być później, jeśli to wymagane, zastosowane do sformułowania ściennie indeksowanej (**face indexed**) poprawki na absorpcję. Goniometr wraca do niższego położenia w taki sposób, że kąt fi i kryształ są w położeniu prostopadłym do mikroskopu rejestrującego obraz. W odstępach czasu (od 1 do 6 sekund – do wyboru przez użytkownika, 6 to wartość domyślna) rejestrowana jest seria obrazów w formacie jpeg wokół kąta fi. W rezultacie otrzymuje się szereg zdjęć wykonanych w zakresie 360 stopni dookoła kryształu.

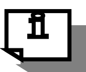
11. **Ustaw maksymalny czas** (**Set max time**) pozwala użytkownikowi na ustawienie wartości będącej ograniczeniem czasowym zbierania danych. Przykładowo, jeśli wartością wejściową jest 15 godzin, to zbieranie danych zostanie ukończone po 15 godzinach. Uwaga: nie jest tu wzięty pod uwagę czas potrzebny na powtórzenie pomiarów wartości przekraczających zakres.

12. **Typ eksperymentu (Experiment type)** – Domyślne ustawienie to **Use Laue symmetry** (Użyj symetrii Lauego), gdzie oznacza to użycie automatycznie zdefiniowanej strategii dającej 100% kompletność wyników. Użytkownik może również wybrać opcje **hemisphere** (hemisfera), **sphere** (sfera) lub **quadrant** (ćwiartka).

13. **Target resolution** – Jest to maksymalna rozdzielczość kątowa (lub wartość 'd'), z jaką zbierane będą dane.

14. **Set target I/sigma** – Jest to stosunek I anody/sigma potrzebny do zebrania danych i wpływający na wymagane oszacowane czasy ekspozycji wymagane.

    Oszacowanie stosunku I/sigma oparte jest na analizie intensywności odbić zarejestrowanych podczas eksperymentu wstępnego oraz na teoretycznych przewidywaniach mocy rozpraszania próbki jako funkcji rozdzielczości. Użycie teoretycznych wartości pozwala na skorygowanie źle oszacowanych ilości zliczeń w tych przypadkach, kiedy sygnały o intensywnościach bliskich granicznym wartościom rozdzielczości wybranym przed eksperymentem wstępnym są bardzo słabe lub w ogóle nie zostały zaobserwowane. Taka sytuacja może mieć miejsce wtedy, gdy czas zliczania zastosowany w eksperymencie wstępnym jest zbyt krótki.

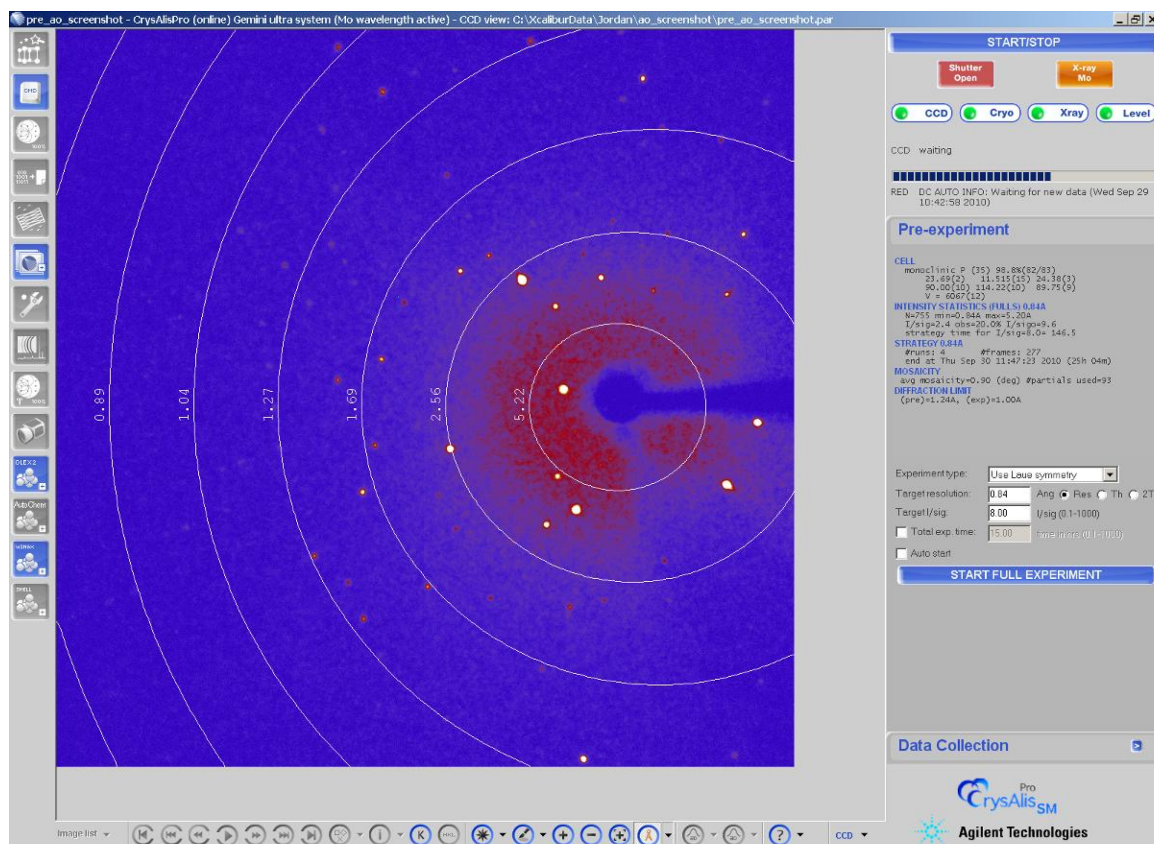


**INFORMACJA**

**Należy zawsze uważnie wybierać czas ekspozycji w eksperymencie wstępnym. Oprócz tego wskazane jest sprawdzenie czasu naświetlania wybranego dla eksperymentu głównego.**

15. Możliwe jest równoległe zbieranie danych oraz rozwiązanie/udokładnianie struktury przy pomocy modułu **Autochem** (jeżeli jest zainstalowany) poprzez wybór tej opcji w oknie eksperymentu wstępnego.
16. Aby uniknąć wielokrotnego wpisywania ustawień eksperymentu wstępnego podczas wyświetlania kryształu na ekranie, użyj przycisku **Recall previous Pre-experiment settings** w lewym dolnym rogu okna. Wyczyść folder lub zmień nazwę eksperymentu i kliknij **Start**.
17. Aby kontynuować, kliknij przycisk **Start**.

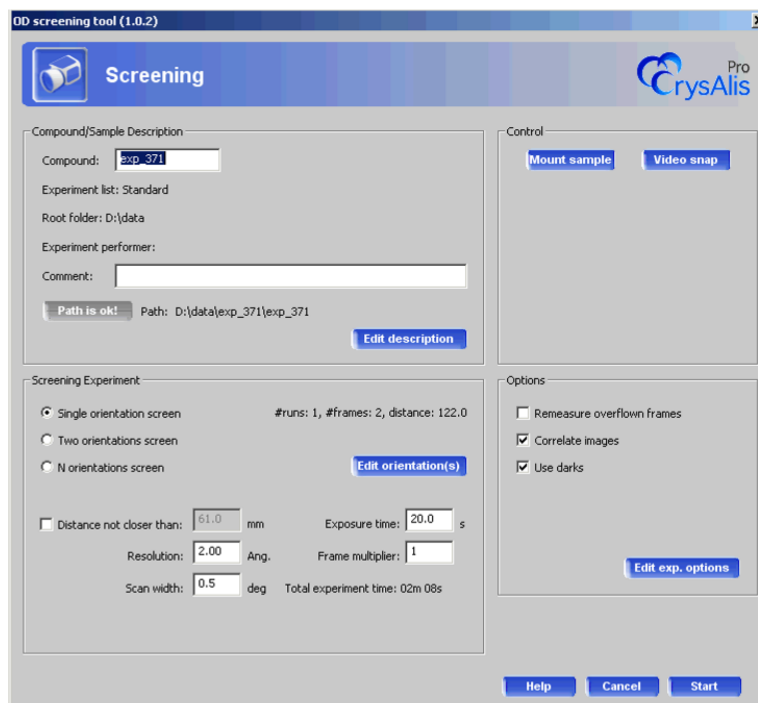
- Okno dialogowe zamknie się, rozpocznie się zbieranie danych w eksperymencie wstępnym, a także po prawej stronie ekranu otworzy się okno / karta informacyjna eksperymentu wstępnego. W tym oknie / karcie wyświetlone są ustawienia wprowadzone wcześniej przez użytkownika i poddawana pomiarom komórka elementarna kryształu.
- Po dokonaniu pomiarów w obszarze jednej ramki (warstwa skanowania w sieci odwrotnej) program podejmie próbę znalezienia komórki elementarnej, sieci krystalograficznej i wyznaczenia rozrzutu I/sigma wraz z rozkładem (ten ostatni parametr jest potrzebny do wyznaczenia najlepszego czasu ekspozycji). Wszystkie parametry zostaną wyświetlone w karcie informacyjnej eksperymentu wstępnego i będą aktualizowane po zmierzeniu każdej ramki.
- Po zakończeniu eksperymentu wstępnego otworzy się okno modułu strategii, tj. wyszczególnienie preferowanych parametrów operacji zbierania danych wybranych w oparciu o komórkę elementarną, odległość detektora, klasę Lauego, ograniczenia wprowadzone przez użytkownika, rozdzielczość itd. Jeśli wybrana była opcja Auto Start, okno strategii zamknie się automatycznie i rozpocznie się zbieranie danych. W przeciwnym razie okno pozostanie otwarte do momentu interwencji użytkownika.
- Kliknięcie przycisku **Start full experiment** na karcie informacyjnej / oknie eksperymentu wstępnego w dowolnej chwili spowoduje akceptację obecnie wyświetlanej komórki elementarnej i przejście do modułu strategii bez kończenia eksperymentu wstępnego.



***Ilustracja 10 Widok interfejsu CrysAlis$^{Pro}$ z aktywną kartą informacyjną eksperymentu wstępnego***

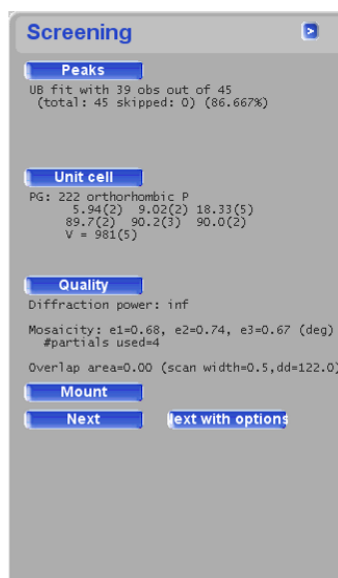
## 5.3. Klasyfikacja (Screening) białek

Parametry klasyfikacji białek można zdefiniować otwierając menu **START/STOP**.



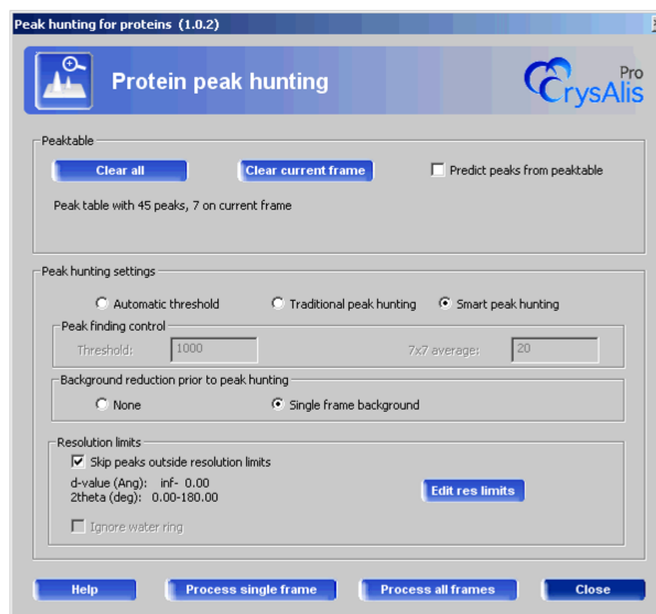

***Ilustracja 11 Okno dialogowe klasyfikacji białek***

Klasyfikacja białek wiąże się zazwyczaj z koniecznością zastosowania znacząco dłuższych czasów ekspozycji niż w przypadku związków małocząsteczkowych. Z tego powodu, zebranie wyników pomiaru ciemnej ramki na początku eksperymentu klasyfikacji może zająć nieproporcjonalnie dużo czasu w porównaniu do pomiaru ramki właściwej (na obszarze próbki). Nie wybranie opcji **Use darks** zmusi program do natychmiastowego rozpoczęcia pomiarów pierwszej ramki na obszarze próbki. Aby osiągnąć jak największą dokładność wartości intensywności, należy zawsze odjąć prąd ciemny (**dark current**) – niewielki prąd przepływający przez urządzenie światłoczułe w momencie, gdy nie padają na nie fotony. Jednakże, w przypadku badań jakościowych (klasyfikacja próbki, wyznaczenie komórki elementarnej) pominięcie wpływu prądu ciemnego znacznie przyspiesza pracę. Wyniki klasyfikacji są przedstawione w tabeli klasyfikacji (Ilustracja 12). Tym miejscu znajdują się również przyciski szybkiego dostępu do komórki elementarnej i powiązanych funkcji.



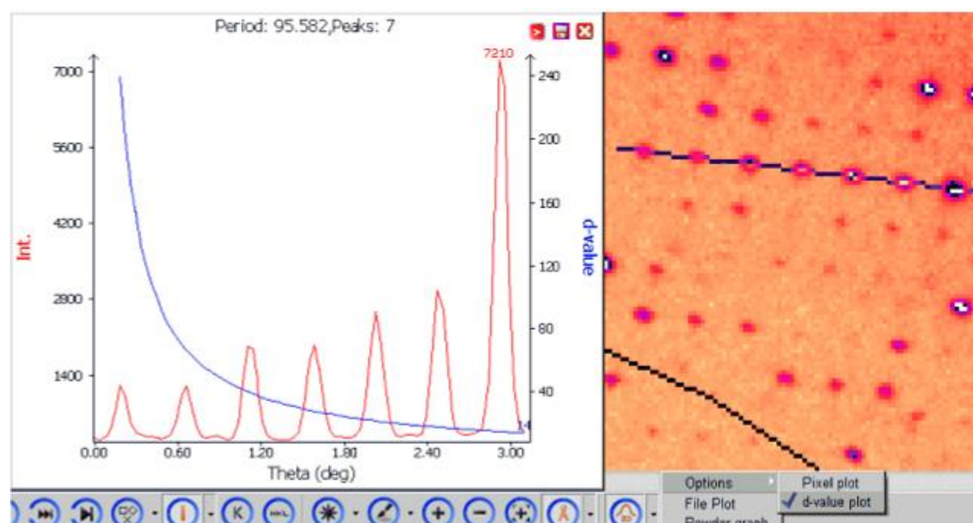

***Ilustracja 112    Karta informacyjna klasyfikacji***

Przycisk **Peaks** przywołuje okno dialogowe wyszukiwania pików. W tym miejscu można wprowadzić parametry szukania pików w przypadku złożonych próbek.




***Ilustracja 123    Okno wyszukiwania pików w widmie próbki białka***

Narzędzie **2D drag tool** pozwala na oszacowanie oczekiwanych wartości d i prawdopodobnej powtarzalnej odległości
w sieci krystalicznej (która może być jedną ze stałych wartości sieci krystalicznej).



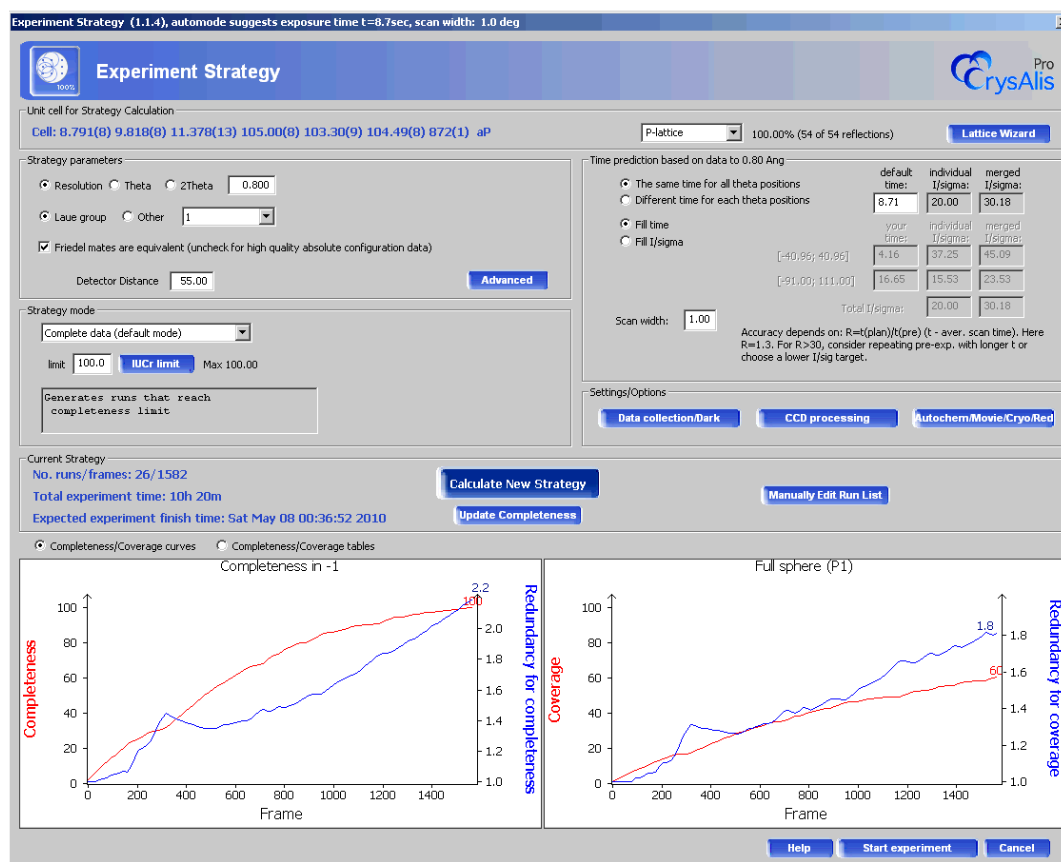

***Ilustracja 134 Narzędzie szacowania wartości d***

# 5.4. Strategia

Moduł strategii automatycznie zastosuje klasę Lauego, odległość detektora, rozdzielczość anody i czas ekspozycji
z eksperymentu wstępnego oraz wyznaczy optymalną strategię zbierania danych na podstawie tych parametrów, oraz zapamiętanego rodzaju komórki elementarnej.

Domyślna strategia pozwala na 100% skompletowanie danych. Jednakże, dostępne są także różne dodatkowe możliwości:

- Dane kompletne w 100%
- Określona globalna nadmiarowość (redundancja), dopuszczalna niekompletność danych
- Określona globalna nadmiarowość dane kompletne w 100%
- Ograniczony czas eksperymentu, dopuszczalna niekompletność danych
- Ograniczony czas eksperymentu, 100% kompletność danych
- Dane kompletne dla kryształów bliźniaczych



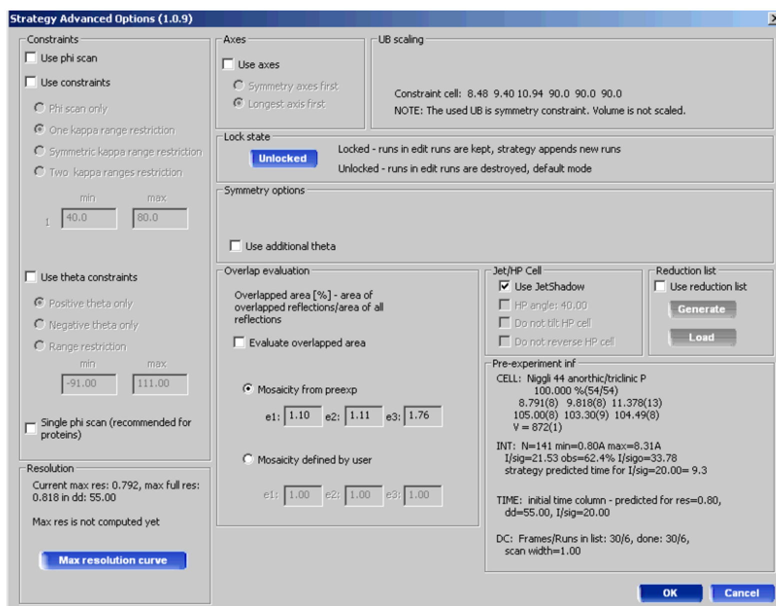

*Ilustracja 145 Moduł strategii*

Moduł strategii wyświetla dwa wykresy. Wykres po lewo pokazuje kompletność (**completeness**) i sprzężoną z nią nadmiarowość (**redundancy**) (w odniesieniu do klasy Lauego dla wyznaczonej strategii). Wykres po prawej stronie ilustruje procent pokrycia (**coverage**) strefy i sprzężoną nadmiarowość.

W ten sposób użytkownik otrzymuje przejrzystą informację zwrotną. Zamiast wykresów można wyświetlić tabele statystyczne, które przywołuje wciśnięcie odpowiedniego przycisku znajdującego się nad wykresami. Wybrany czas ekspozycji i odpowiadająca mu szerokość skanu są wyszczególnione w pasku u góry okna.

Dzięki modułowi strategii użytkownik ma dostęp do wielu parametrów, które może modyfikować. Są to: maksymalna rozdzielczość anody (**resolution**), klasa Lauego (**Laue class**), równoważność par Friedla (**Friedel mates are equivalent**)i odległość detektora (**detector distance**). Po zmianie któregokolwiek z tych parametrów należy kliknąć  przycisk **Calculate New Strategy** co spowoduje powtórne wyznaczenie strategii zbierania danych w oparciu o zaktualizowane wielkości.

Nie należy zaznaczać opcji **Friedel mates are equivalent** jeśli istnieje prawdopodobieństwo, że próbka jest chiralna/nie ma środka symetrii. Jest to szczególnie ważne, jeśli głównym celem eksperymentu jest wyznaczenie konfiguracji absolutnej.




***Ilustracja 156	Okno zaawansowanych opcji strategii***

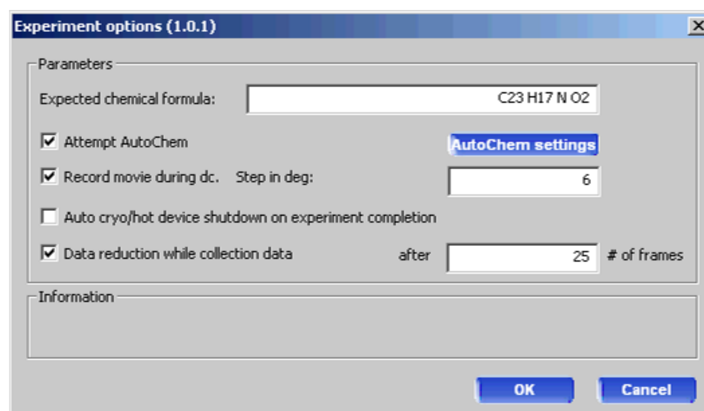
Przycisk opcji zaawansowanych (**Advanced**) otwiera dodatkowe okno dialogowe, które umożliwia wprowadzenie ograniczeń dotyczących kąta kappa/theta itd. podczas określania strategii zbierania danych. Można również zastosować wyśrodkowanie komórki elementarnej bądź ograniczyć strategię do rejestrowania jedynie skanów omega lub fi. Istniejąca strategia może zostać zapisana bez możliwości zmiany lub z opcją rozwijania. Poza tym, poszczególnym pozycjom theta można przypisać różne czasy naświetlania (jest to szczególnie przydatne dla niskich bądź wysokich pozycji kątowych przy zastosowaniu promieniowania Cu).  Po utworzeniu zmian kliknij OK, a następnie **Calculate New Strategy**
w głównym oknie strategii. W oparciu o zaktualizowane wartości, moduł strategii ponownie obliczy najlepszą strategię zbierania danych.

Zaznaczenie opcji **Single phi scan** w zakładce **Advanced**  powoduje zarejestrowanie jednego skanu fi podczas pojedynczego przebiegu. Punkt początkowy skanu i jego zakres zostanie dopasowany tak, aby uzyskać

największą możliwą kompletność wyników w jak najkrótszym czasie. Jest to pożądane szczególnie w przypadku białek.

W zakładce **Advanced** można również sprecyzować listę redukcji (**Reduction list**) dla generatora hkl. W ten sposób można gromadzić dane przy użyciu określonego zestawu odbić o znanych indeksach. Lista może zostać wygenerowana wewnętrznie lub zostać załadowana z pliku użytkownika.

Jeśli chcesz ustawić nagrywanie kryształu i użyć narzędzi AutoChem, a pominięty został eksperyment wstępny, możesz to zrobić uruchamiając moduł strategii i wciskając przycisk **Autochem/Movie/Cryo/Red** w oknie ustawień i opcji (**Settings/options**) w oknie strategii.




***Ilustracja 167 Okno ustawień/opcji w panelu strategii***

Jeżeli planujesz użyć niezależnego programu do zbierania danych, np. MOSFLM, należy upewnić się, że przy rejestrowaniu wyników pomiarów każdej z ramek oś obrotu skanu jest prostopadła do wiązki promieniowania. Najłatwiej to zrobić poprzez wybór jedynie skanów omega lub przez unieruchomienie kątów kappa. W tym celu kliknij przycisk **Advanced** i wybierz **use kappa limits.** Kliknij przycisk **one range**. W pole **min** wpisz 0, natomiast w pole **max** wpisz 0.000001. Zamknij okno klikając **OK.** Następnie wybierz **Calculate New Strategy,** aby obliczyć nową strategię zbierania danych w oparciu o nowe parametry.

Aby zmienić wygenerowaną automatycznie strategię kliknij przycisk Manually Edit Run List. Otworzy się edytor listy przebiegu (runlist editor), który pozwala na dowolną modyfikację proponowanej strategii zbierania danych, np. wprowadzenie innego czasu ekspozycji, szerokości skanu lub zakresu zbierania danych. Po zakończeniu zamknij okno klikając OK. Znów pojawi się okno strategii. Aby zobaczyć zaktualizowane wykresy i tabele statystyczne, użyj przycisku Update Completeness.

Po wprowadzeniu zmian do strategii, kliknij **Start Experiment,** aby rozpocząć eksperyment.

## 5.4.1 Wskazówki dotyczące wyboru strategii

Moduł strategii może być użyty na wiele sposobów. Dzięki opanowaniu umiejętności manipulowania strategiami gromadzenia danych można zebrać możliwie najdokładniejsze wyniki. Oto wskazówki możliwe do zastosowania w najczęściej spotykanych sytuacjach:

- Szczególnie ważne jest dobranie czasów ekspozycji. W przypadku, kiedy dane zebrane podczas eksperymentu wstępnego mają małą intensywność (na przykład dla pomiarów pod dużym kątem), CrysAlis$^{Pro}$ może zbyt wysoko oszacować czasy zbierania danych. Czasy te mogą być  w oparciu o liczbę sekund lub o wartość I/sig. Dla serii pomiarów przy użyciu Cu zbieranych z dokładnością do 0.84 Å, czasy ekspozycji przy wysokich wartościach kąta theta muszą być 3 do 4 razy dłuższe niż przy niskich wartościach theta. Podobnie jest w przypadku pomiarów
  w wysokiej rozdzielczości z naświetlaniem Mo. Standardowo, moduł strategii stosuje te same czasy ekspozycji dla wszystkich wartości theta, zatem użytkownik musi je skorygować. Skalowanie danych uwzględniające dwa lub więcej czasów ekspozycji wykonywane jest automatycznie.

- Moduł strategii automatycznie zdefiniuje szerokość skanu ramek, biorąc pod uwagę wymiary osi komórki elementarnej, mozaikowatość i nakładające sie wartości z eksperymentu wstępnego. Szerokość skanu może być również ustawiona przez użytkownika. Ogólnie rzecz biorąc, do pomiarów komórki elementarnej o osiach o wymiarach większych niż ~40 Å przy pomocy promieniowania Mo, optymalna szerokość skanu to mniej niż 1°.  Szersze skany mogą być zastosowane w przypadku użycia promieniowania o większej długości fali – promieniowania Cu. Jeśli spodziewasz się bliźniakowania, mniejsza szerokość skanów pozwoli na otrzymanie wyników o znacząco wyższej jakości.

- Jeżeli dane gromadzone są przy użyciu gniazda do pracy nocnej, warto do serii danych dodać nadmiarowość. W ten sposób wykorzystywana jest całkowita ilość czasu. Aby dodać dodatkowe dane, kliknij **Complete redundant data**
  w rozwijanym do dołu ekranu menu strategii, wybierz odpowiedni współczynnik nadmiarowości (np. 5) i kliknij **Calculate New Strategy**. Sprawdź oczekiwany czas zakończenia i przelicz, jeśli to konieczne. Jeśli nadmiarowość jest większa, oznacza to, że poprawił się stosunek sygnałów do szumów oraz że ulepszone zostały wyznaczone współczynniki skali ramki i empirycznej korekcji absorpcji.

- Niektóre przystawki niskotemperaturowe działają lepiej od innych w warunkach dużej wilgotności. Poza tym, na metalowej szpilce poniżej kryształu mogą tworzyć się niewielkie ilości lodu. Problem staje się poważniejszy przy zastosowaniu długich czasów ekspozycji oraz gdy głowica goniometru znajduje się przez dłuższy czas w okolicach strumienia zimna. Jeśli czasy ekspozycji są długie (tj. dłuższe niż 60s), stosowanie kappa w granicach od -80 do 80 stopni pozwoli zapobiec formowaniu się lodu zbyt blisko promienia, co oznacza, że lód nie będzie widoczny na obrazach dyfrakcyjnych. W oknie strategii w zakładce **Advanced** wybierz **One kappa range restriction** , po czym wyznacz nową strategię. Najprawdopodobniej nie wpłynie to na całkowity czas zbierania danych, lecz znacząco ograniczy ryzyko dyfrakcji na kryształkach lodu.

- W celu zminimalizowania czasu gromadzenia danych zastosować można wiele różnych metod. Jedną z najbardziej efektywnych jest nieznaczne zmniejszenie limitu kompletnych danych. Kliknięcie **IUCr limit** zredukuje tę liczbę
  z 100% do 98.5%. Ta z pozoru niewielka zmiana ma znaczący wpływ na długość czasu gromadzenia danych – skróci się on o 20-30%.Spowodowane jest to tym, że do uzyskania danych kompletnych w 100% niezbędne jest zarejestrowanie odbić uzupełniających zlokalizowanych w skrajnych punktach, w związku z czym trzeba dokonać pomiarów wielu dodatkowych ramek. W wyniku zastosowania tej metody zredukowana zostanie nadmiarowość.
  Z tego powodu zalecane jest, żeby mimo wszystko zgromadzić kompletne  w 100% dane, jeśli czas na to pozwala.

## 5.5. Zbieranie danych

Gromadzenie danych przy użyciu strategii i ograniczeń dodanych przez użytkownika rozpocznie się automatycznie.
Po zmierzeniu pierwszych 25 ramek automatycznie rozpocznie się redukcja danych, a następnie skalowanie ramki, automatyczna korekcja absorpcji, wyznaczenie grupy przestrzennej i tworzenie pliku *ins. Postęp redukcji danych można śledzić na karcie informacyjnej redukcji danych. Proces powtarza się co 25 ramek aż do końca gromadzenia wyników, wykorzystując wszystkie dotychczas zebrane dane.

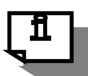
Użycie zewnętrznego narzędzia (np. WinGX, Crystals, Olex2) w dowolnym momencie spowoduje skopiowanie aktualnego pliku *.ins i *.hkl do folderu Struct i rozpoczęcie ustalania struktury próbki.

## 5.6. Zatrzymanie wszystkich procesów

**Praca On-line**

1. Wciśnij przycisk **START/STOP.**

2. Pojawi się okno dialogowe. Wybierz opcję **Stop All**, aby zakończyć wszelkie prowadzone działania.



**INFORMACJA**

**Zatrzymanie wszystkich procesów można także osiągnąć przez wciśnięcie lewego klawisza CTRL klawiatury.**

- Aby wstrzymać eksperyment, otwórz **Command Shell** i kliknij **DC pause**. Kliknięcie **Yes** w oknie dialogowym powoduje wznowienie eksperymentu.

**Praca Off-Line**

1. Wciśnij przycisk **START/STOP.**

2. Pojawi się okno dialogowe. Wciśnij **Stop**, aby zatrzymać wszystkie procesy.

Jeżeli nie chcesz zamykać wszystkich procesów w momencie pojawienia się okna dialogowego, kliknij przycisk x w prawym górnym rogu.

## 5.7. Wznawianie eksperymentu / eksperymentu wstępnego

Aby wznowić niezakończony eksperyment:

1. Kliknij **START/STOP** i **Resume experiment/Pre-experiment.**

2. Wybierz plik *.run dla eksperymentu wstępnego lub głównego.

# 6. Operacje niestandardowe

## 6.1. Rozpoczynanie niestandardowego zbierania danych

Funkcja ta znajduje się w menu dostępnym po kliknięciu przycisku **START/STOP**. Stosuje się ją w badaniach nie poprzedzonych eksperymentem wstępnym. Przykładowo, uprzednio wygenerowana lista przebiegu może zostać zaimportowana i powtórnie użyta. Ogólnie mówiąc, przed badaniem nowego kryształu zawsze najlepiej jest przeprowadzać eksperyment wstępny. Jednak w uzasadnionych przypadkach, np. gdy ten sam eksperyment jest powtarzany w różnych warunkach, eksperyment wstępny nie jest wymagany.

Do poprawnego działania tej funkcji konieczne jest zdefiniowanie komórki elementarnej bądź zaimportowanie już istniejącej strategii. Aby zaimportować strategię, wybierz **Edit runs** i **Import**. Jeśli strategia była już używana, program uzna, że pomiary ramek zostały już wykonane, zatem należy je odwrócić. Wybierz **Refer to all runs** (odnieś do wszystkich przebiegów), a następnie kliknij **Invert done runs** (odwróć zakończone przebiegi). Powróć do okna strategii
i wybierz **Completeness**, aby obejrzeć strategię.

Aby odnaleźć zdefiniowaną wcześniej komórkę elementarną, włącz kreatora sieci przestrzennej (**Lattice Wizard**) i załaduj tabelę pików lub plik z parametrami z poprzedniego eksperymentu. Narzędzia odnajdywania komórki mogą być używane normalnie. Po powrocie do modułu strategii informacja o wybranej komórce zostanie zanotowana na dole ekranu.

## 6.2. Gromadzenie dodatkowych danych

W pewnych przypadkach pomocne jest zebranie dodatkowych danych. Istnieje możliwość dokonania pomiarów dodatkowych ramek pod warunkiem, że kryształ nie został usunięty z dyfraktometru.

Funkcja ta jest użyteczna szczególnie wtedy, gdy kryształ wbrew oczekiwaniom nie posiada środka symetrii, a oryginalna strategia została wyznaczona przy założeniu, ze pary Friedela są równoważne. Aby uwiarygodnić wyniki należy najprawdopodobniej zarejestrować więcej par Friedela.

1. Po zakończeniu eksperymentu, użyj przycisku **START/STOP** i wybierz gromadzenie dodatkowych danych (**Append data collection**).
2. Pojawi się odpowiednie okno. Wybierz **Advanced** i upewnij się, że przy **Lock State** wybrana jest opcja **Locked** (zablokowane).Oznacza to, że wszystkie dotychczas zebrane ramki nadal pozostają częścią strategii, ale zostają uznane za zakończone i zablokowane. Jakakolwiek nowa strategia weźmie to pod uwagę, a następnie doda nowe ramki.
3. W przypadku takim, jak opisany powyżej, nie wybieraj opcji **Friedel mates are equivalent,** a wszystkie pozostałe opcje pozostał niezmienione.
4. Po kliknięciu **Find experiment** na dole okna pojawi się informacja oznaczająca: 'x przebiegów zostało uznanych za zablokowane dla odnalezienia eksperymentu! y przebiegów zostało dodanych!'
5. Kliknij **Start Experiment,** aby zebrać dodatkowe ramki.

## 6.3. Eksperymenty z wieloma wartościami temperatur i długości fali

Funkcja pozwala na wykonanie kolejno eksperymentów w różnych temperaturach i przy różnej długości fali (Cu lub Mo). Najlepiej stosować ją z istniejącą strategią po wykonaniu eksperymentu wstępnego.

1. Przeprowadź eksperyment wstępny standardowo.
2. Stwórz taką strategię, aby zebrać wymaganą ilość danych do badań w różnych temperaturach. Prawdopodobnie potrzebnych będzie więcej niż zwykle wyników z uwagi na przemiany fazowe i inne zmiany temperaturowe.
3. Zapisz strategię jako plik *.run klikając **Export** w oknie **Edit runs.**

Temperature / Wavelength experiments dialog (3.0.1)

Path
Name: exp_20 | Browse root folder | C:\XcaliburData
Mo experiment in folder C:\XcaliburData\exp_20\Mo

Use temperature device control
Information: Number of temperature points: 5, number of experiments which will be made for proper temperature points: 2 | Cryojet | Settings

Options
Data reduction while collection data

Mo
kV 50.00 mA 0.80 Runlist - Number of runs: 4, total number of frames: 331, detector distance: 60.00mm, time of experiment 02h 14m | Strategy

Cu
kV 50.00 mA 0.80 Empty runlist | Strategy

User message

Help | Time of experiment: 05h 28m | Resume | Start experiment | Exit

List of temperatures for cryo experiments (2.0.1)

List view summary
Total # of temperature points: 5 Total # of temperature points with experiment: 2

| Temperature | Shield flow [lt/min] | Sample flow [lt/min] | Heater | Do Exp | Auto Wait | Wait Time |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 190.0 | 4.0 | 4.0 | ON | YES | YES | 15.0 |
| 190.0 | 4.0 | 4.0 | ON | YES | YES | 15.0 |
| 190.0 | 4.0 | 4.0 | ON | NO | YES | 15.0 |
| 293.1 | 3.0 | 3.0 | ON | NO | YES | 15.0 |
| 293.1 | 0.0 | 0.0 | OFF | NO | NO | 0.0 |

List: Add | Copy selected | Edit | Add end point | Delete
Temperature unit: Celsius | Kelvin
File/Clipboard: Export | Import | Append | Clipboard
Help | Cancel | OK

***Ilustracja 178 Program eksperymentu z wieloma wartościami temperatur i długości fali***

4. Kliknij ikonę **Multi-temperature/wavelength.**
5. Aby wybrać Cu lub Mo (lub oba), kliknij przycisk **Strategy**. Wybierz **Edit runs** i zaimportuj wygenerowaną strategię.
6. Wybierz zainstalowane urządzenie niskotemperaturowe klikając **Settings**. Po wybraniu temperatury początkowej końcowej i liczby kroków, kolejno będą przeprowadzane eksperymenty. Na przykład, wychodząc ze 100K i kończąc na 300K z użyciem 5 kroków, otrzymamy 5 przebiegów dla temperatur 100K, 150K, 200K, 250K and 300K. Przechowywane są one w konkretnie oznaczonym folderze o nazwie z przyrostkiem oznaczającym temperaturę.
7. Równocześnie odbywa się przetwarzanie danych. Zalecane jest jednak, aby ponowić przetwarzanie w celu uzyskania jak najbardziej poprawnych wyników w podanym zakresie temperatur.

# 6.4. Nierównoczesna redukcja danych

W celu powtórnego przetworzenia zebranych danych z użyciem automatycznych ustawień, otwórz drugą wersję (offline) CrysAlis$^{Pro}$. Kliknij przycisk **START/STOP** i wybierz **Load Experiment**. Z bazy danych wybierz odpowiedni eksperyment.

Ponownie kliknij przycisk **START/STOP** i wybierz **Full auto analysis (cell, red).** Program odnajdzie komórkę elementarną, łącznie z szukaniem pików itd. oraz przetworzy i wyskaluje dane oraz wyjściowe pliki *.ins i *.hkl.

Jeśli komórka elementarna została już wcześniej znaleziona przy użyciu kreatora sieci przestrzennej, kliknij **START/STOP** i wybierz opcję automatycznej redukcji danych (**Automatic data reduction**).

# 6.5. Redukcja danych z dodatkowymi ustawieniami

W przypadku zbierania skomplikowanych danych, najlepiej jest poddać ustawienia ręcznej modyfikacji. Redukcja danych przeprowadzana jest w oparciu o zapamiętaną w danym momencie komórkę elementarną. Z tego powodu zawsze przed kontynuacją należy upewnić się, czy wybrana jest właściwa komórka.

1. Aby zmienić ustawienia stosowane przez proces redukcji danych dopasowujący do profilu (**profile fitting data reduction**) kliknij **START/STOP** i wybierz **Data reduction with options**.
2. Kreator umożliwia użytkownikowi uwzględnienie ekstynkcji siatki krystalicznej, pominięcie ramek z określonych przebiegów, zastosowanie różnych parametrów algorytmu oraz obliczanie tła przy użyciu odmiennych metod.
   W przypadku, kiedy uzyskane są wyniki o małej intensywności lub gdy sygnał tła jest silny, zebrane dane można ulepszyć przy użyciu narzędzia **Smart background.** Istnieje możliwość zastosowania obliczenia większej ilości miejscowych wartości średnich tła dla konkretnych ramek, które muszą zostać wskazane

(jedynie ramki
o nieparzystych numerach).

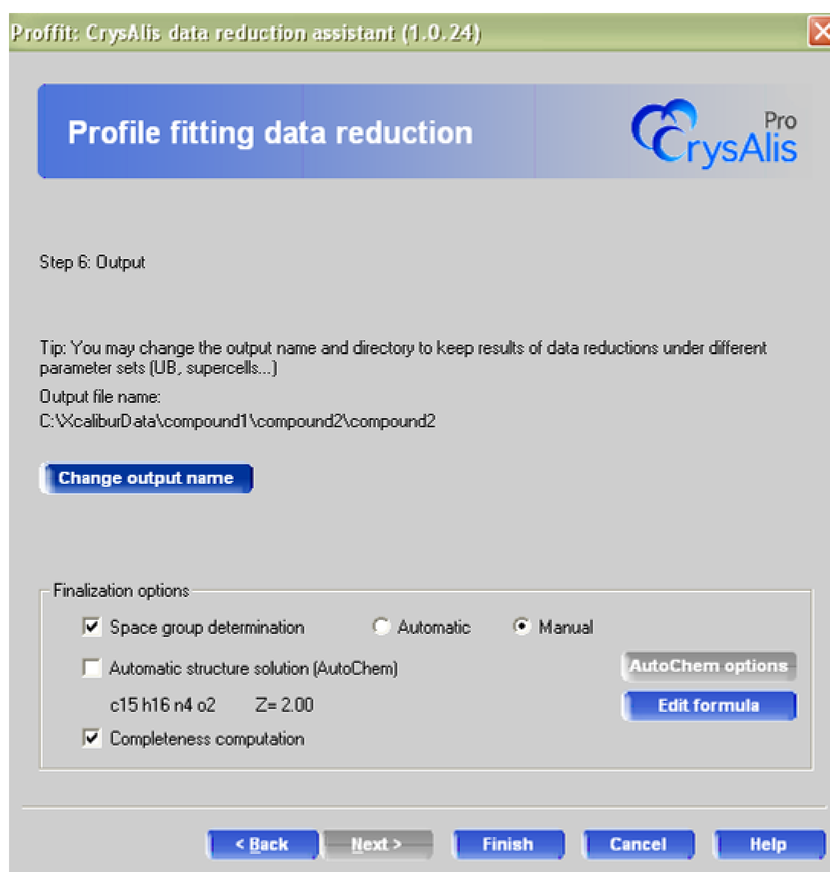
3. Jeśli do redukcji danych ręcznie wprowadzono ustawienia, należy upewnić się, że wybrany został przycisk **Clear all data from previous runs** (wyczyść wszystkie dane z poprzednich przebiegów).

4. Wahanie się próbki w promieniu można modulować poprzez wybranie opcji umiarkowanych lub znaczących wahań.

5. Okno edycji parametrów specjalnych (**edit special pars**) umożliwia wprowadzenie wyspecjalizowanych ustawień dla eksperymentów pod wysokimi ciśnieniami oraz ręczne skorygowanie rozmiaru masek integracji w przypadkach kiedy integracja jest utrudniona poprzez nakładanie się odbić lub mozaikowatość.

6. Odrzucanie wartości odstających nie ma znaczenia na tym etapie, ponieważ zostanie to zrobione później na etapie refinalizacji. Jednakże, w przypadku próbek nie posiadających środka symetrii nie powinno się zaznaczać opcji par Friedela (**Friedel mates**).

7. Określenie grupy przestrzennej może zostać wykonane automatycznie lub ręcznie (interaktywnie) klikając odpowiedni przycisk znajdujący się w ostatnim panelu, który się pojawi. Tryb interaktywny przydaje się szczególnie w przypadkach niejednoznacznych. Kiedy na przykład program znalazł rombową komórkę elementarną zdefiniowaną ponownie przez użytkownika jako jednoskośną o wartości kąta β równej w przybliżeniu 90°, system automatycznego wyboru grup przestrzennych na ogół wybierze rombową grupę przestrzenną i stosownie zdefiniuje komórkę. Interaktywny wybór grup przestrzennych może zostać także uaktywniony przy pomocy narzędzia refinalizacji (patrz **Rozdział 8**).

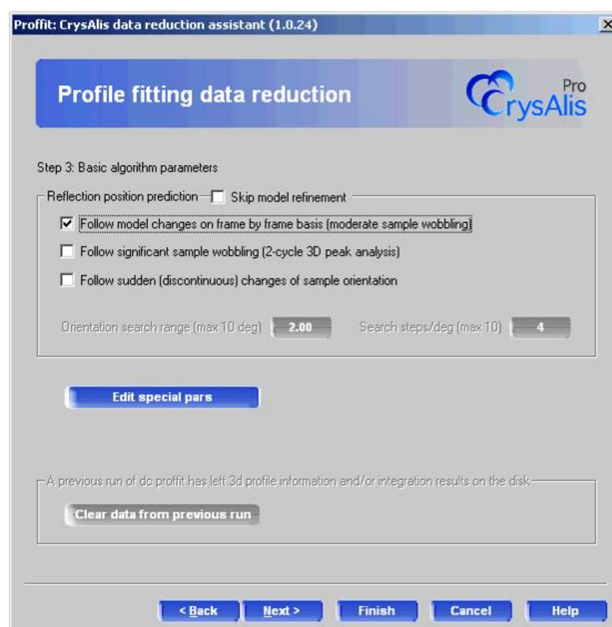



***Ilustracja 19 Ręczne (Interaktywne) wyznaczanie grup przestrzennych podczas redukcji danych***

### 6.5.1 Śledzenie ruchu kryształu

Niekiedy podczas zbierania danych kryształ zmieni swoją orientację. Zazwyczaj jest to wina kleju lub niedostatecznej powierzchni kontaktu długich i cienkich kryształów z włóknem. Ruch kryształu można stwierdzić obserwując ramkę odniesienia z serii danych (każda zmiana w ramkach odniesienia świadczy o poruszeniu się kryształu lub o jego rozpadzie). Poza tym, jeśli kryształ się poruszył, moduł Ewald Explorer wskaże dwie lub więcej sieci krystalicznych znajdujących się w odmiennych orientacjach (także oznaki niemeroedrycznego bliźniakowania). Jednakże, takie serie danych mogą zostać odzyskane przy pomocy narzędzia śledzącego zmiany w orientacji pomiędzy jednym przebiegiem,
a drugim.

1. Zaznacz wyszukiwanie pików (**peak hunt**) tylko w pierwszym przebiegu (lub tylko w eksperymencie wstępnym, jeśli to możliwe) i użyj narzędzi odnajdywania komórek w celu znalezienia wyjściowej komórki i orientacji.
2. Szukaj pików w całej serii danych, ale nie indeksuj wszystkich odbić przy użyciu wyjściowej komórki.
3. Wybierz **Data reduction with options** w menu **START/STOP**.
4. W kroku 3, zaznacz wszystkie trzy opcje. Najważniejszą z nich jest **Follow sudden (discontinuous) changes in sample orientation** (śledź nagłe (nieciągłe) zmiany w orientacji próbki). Ustaw **Orientation search range** (zakres szukania orientacji) i **Steps per degree** (liczba kroków na stopień) do pasujących pozycji (wyższe wartości oznaczają dłuższy czas procesu, lecz większą szansę na sukces).



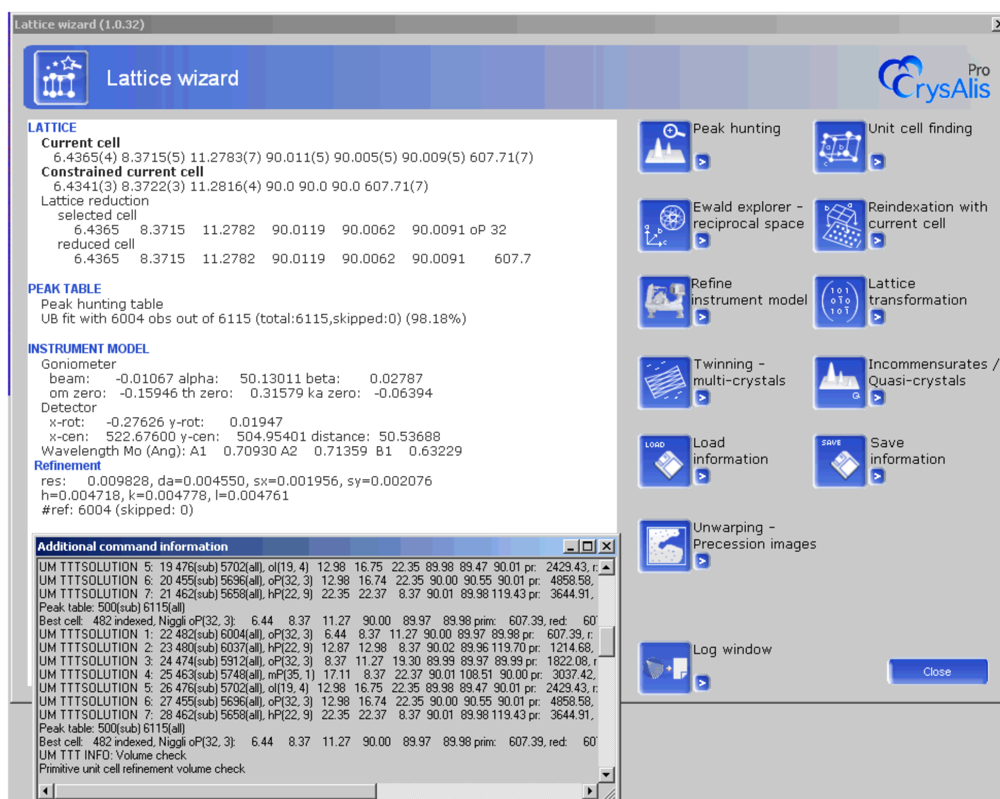

***Ilustracja 2018 Opcje śledzenia modelu podczas redukcji danych***

5. Ewald Explorer będzie starał się pokazać pojedynczą sieć o dobrej jakości. Powinno również mieć miejsce znaczące polepszenie statystyk $R_{int}$.

# 7. Narzędzia Power Tools

## 7.1. Kreator sieci przestrzennej (Lattice Wizard)

Kreator sieci przestrzennej zawiera wszystkie niezbędne narzędzia przeznaczone do odnajdywania komórki elementarnej i grupy Lauego. Narzędzia kreatora sieci przestrzennej zostały po kolei opisane poniżej:




***Ilustracja 19 Panel kreatora sieci przestrzennej zawierający okno rejestru***

### 7.1.1 Wyszukiwanie pików (Peak hunting)

Kliknięcie ikony **peak hunting** spowoduje przeanalizowanie przez komputer wszystkich pików i wydobycie z nich wszystkich znajdujących się powyżej poziomu progowego. Po zakończeniu tego procesu ekran powróci do głównego okna kreatora sieci przestrzennej. W oknie znajdzie się raport mówiący ile pików zostało wydobytych. Aby uzyskać dostęp do ustawień takich jak: zmiana wartości poziomu progowego i inteligentne wyszukiwanie pików, wciśnij przycisk
w kształcie strzałki znajdujący się po prawej stronie ikony **peak hunting**. Opcje ukrytego tam menu zawierają:

- Wyszukiwanie z ustawieniami użytkownika (**Peak hunting with user settings**)
- Automatyczną analizę komórki elementarnej (**Auto analyse unit cell**)

Znajdująca się pod menu **peak hunting with user settings** opcja **Smart** jest szczególnie użyteczna. Przy jej pomocy można zazwyczaj znaleźć 20-30% więcej pików bez generowania zbyt dużej ilości szumów.

## 7.1.2 Odnajdywanie komórki elementarnej (Unit cell finding)

Użyj ikony **unit cell finding** po zakończeniu wyszukiwania pików. Kliknięcie tej ikony spowoduje, że komputer rozpocznie automatyczne odnajdywanie komórki elementarnej. Informacje o tym procesie pojawią się w lewej górnej części okna. Więcej opcji można znaleźć klikając przycisk w kształcie strzałki z prawej strony ikony **unit cell finding**. Zawierają one:

- Odnajdywanie komórki elementarnej z ustawieniami komórki (**Unit cell finding with cell options**)
- Wybór rozwiązania do odnajdywania komórki elementarnej (**Solution selection unit cell finding**)
- Szukaj znanej komórki elementarnej (**Search for known unit cell**)
- Ręczne przeszukiwanie macierzy orientacji (**Set orientation matrix by hand**)
- Szukaj komórki o mniejszej objętości (**Search for smaller unit cell volume**)

**Unit cell finding with options** pozwala użytkownikowi na ustawienie maksymalnych i minimalnych długości wyszukiwanych osi. Jest to także narzędzie używane do odnajdywania bliźniaczych sieci przestrzennych (więcej w **Rozdziale 9**).

**Solution selection unit cell finding** wywołuje listę typów komórek rozpatrywanych przez narzędzie automatycznego odnajdywania komórki elementarnej. W przypadku poszukiwania specyficznej komórki, która nie została odnaleziona przez odnajdywanie automatyczne, często można taką komórkę znaleźć na tej liście.

**Search for known unit cell** pozwala użytkownikowi na wprowadzenie wymiarów komórki i wyszukiwanie przy użyciu określonej liczby odbić. Aby wyszukiwanie zakończyło się sukcesem, liczba wpisana w polu **Stop if % >** powinna być nie większa niż 30-50%.

## 7.1.3 Wizualizacja sieci odwrotnej – używanie modułu Ewald Explorer

Tabela pików może zostać wyświetlona poprzez wybór odpowiedniej opcji po kliknięciu niewielkiego przycisku znajdującego się obok ikony narzędzia Ewald Explorer. Piki mogą zostać uszeregowane pod względem kątów z dyfraktometru, współrzędnych kartezjańskich, lub współrzędnych ramki odniesienia detektora.

Peak table editing (1.0.6)

Peak table editing

CrysAlis Pro

| number | h | k | l | x | y | z | d | intensity | flag | prof pts |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | -1.514 | 0.000 | 1.500 | 0.02905 | -0.09512 | -0.16383 | 3.70086 | 2133 | wi | 1* |
| 2 | -6 | 5 | -8 | -0.20570 | 0.54162 | -0.73622 | 0.75711 | 507 | i | 1* |
| 3 | -3 | 5 | -7 | -0.28844 | 0.48039 | -0.41298 | 1.01900 | 1333 | i | 1* |
| 4 | 1 | 2 | -5 | -0.15585 | 0.33176 | 0.07324 | 1.89762 | 16944 | i | 1* |
| 5 | -2 | 5 | -10 | -0.28690 | 0.67131 | -0.30268 | 0.89750 | 1409 | i | 1* |
| 6 | -8 | 2 | -1 | 0.05480 | 0.07703 | -0.89459 | 0.78849 | 445 | i | 1* |
| 7 | -5 | 3 | -1 | -0.11143 | 0.08505 | -0.59441 | 1.16142 | 1814 | i | 1* |
| 8 | -7 | 4 | -4 | -0.11705 | 0.28246 | -0.82404 | 0.80700 | 518 | i | 1* |
| 9 | -4 | 3 | -1 | -0.13630 | 0.08629 | -0.48711 | 1.38231 | 12493 | i | 1* |
| 10 | -5 | 4 | -3 | -0.18039 | 0.21912 | -0.61125 | 1.05248 | 4170 | i | 1* |
| 11 | -4 | 4 | -3 | -0.20505 | 0.22032 | -0.50460 | 1.20724 | 11548 | i | 1* |
| 12 | -6 | 4 | -3 | -0.15521 | 0.21800 | -0.71965 | 0.92381 | 3918 | i | 1* |
| 13 | -0.525 | 1.000 | -0.509 | -0.06635 | 0.04074 | -0.07609 | 6.51557 | 676 | wi | 1* |
| 14 | -5 | 5 | -6 | -0.24064 | 0.41654 | -0.62786 | 0.89675 | 651 | i | 1* |
| 15 | -7 | 5 | -8 | -0.17216 | 0.54159 | -0.83825 | 0.70038 | 587 | i | 1* |
| 16 | -1 | 4 | -6 | -0.26174 | 0.41144 | -0.17869 | 1.36576 | 12786 | i | 1* |
| 17 | -7 | 2 | 0 | 0.01739 | 0.01294 | -0.78981 | 0.89772 | 1793 | i | 1* |
| 18 | -9 | 3 | -4 | 0.01499 | 0.27089 | -1.01816 | 0.67316 | 575 | i | 1* |
| 19 | -6 | 3 | -1 | -0.08524 | 0.08430 | -0.70127 | 0.99698 | 3659 | i | 1* |
| 20 | -3 | 4 | -3 | -0.22692 | 0.22369 | -0.39828 | 1.39063 | 10881 | i | 1* |
| 21 | -5 | 5 | -5 | -0.23930 | 0.35756 | -0.62764 | 0.93212 | 3108 | i | 1* |

Delete Profile Up Copy to clip Exit sorted

Edit New Down

hkl format: integer fractional

Coordinates: angles cartesian detector

Help Exit

***Ilustracja 20 Panel tabeli pików***

Opcjonalnie, aktualna zawartość tabeli pików może być wyświetlona przy użyciu wizualizatora przestrzeni odwrotnej narzędzia Ewald explorer. Narzędzie to pozwala użytkownikowi na obracanie przestrzenią odwrotną, zbliżanie
i oddalanie, indeksowanie przez zakreślanie i wybieranie odbić do indeksowania pików. Użytkownik może także dostosowywać progi intensywności, absorbancje sieci przestrzennej i odstęp d wartości progowych do wyboru pików. Informacje na temat używania programu Ewald explorer do znajdywania wielokrotnych sieci przestrzennych w kryształach bliźniaczych można znaleźć w **Rozdziale 9**.

#### 7.1.3.1. Indeksowanie przez zakreślenie (drag-indexing) komórki elementarnej

1. Kliknij na przycisk Ewald explorer.
2. Ewald explorer pozwala na skanowanie przestrzeni odwrotnej Twojego zbioru danych o płaszczyznach sieciowych. Obraz może być obracany przez przytrzymanie lewego przycisku myszy i obracanie kursorem podczas gdy kursor znajduje się nad obrazem.
3. Spróbuj znaleźć płaszczyznę sieciową wykonując obroty względem osi x,y,z. Sieć przestrzenna może zostać uwidoczniona na ekranie poprzez zaznaczenie kwadratu **Lattice**.
4. Zaznacz pole **Drag**, a potem **DragIndex**. Pozwoli to na określenie trzech niewspółliniowych wektorów do zdefiniowania macierzy UB i tym samym komórki elementarnej..
5. Kliknij na pole **b*-order** po czym kliknij prawym przyciskiem myszy na sieć przestrzenną i narysuj wektor. Odpowiednia wartość d zostanie pokazana pod polem **b*-order**. Policz uporządkowania dyfrakcji które zostały zaznaczone i wprowadź tę liczbę klikając przycisk **order b***.
6. Powtórz poprzedni krok dla **a*-order**, obróć i powtórz to samo dla **c*-order**.
7. Kliknij przycisk **UM S** aby ustawić macierz UB opartą na wektorach stworzonych przy użyciu funkcji DragIndex
i wyjdź z narzędzia Ewald explorer używając przycisku **OK** i wybierając **Yes.**
8. Zindeksuj odbicia klikając przycisk **index with known cell**, w razie potrzeby powtórz ten krok. Liczba odpowiadająca wartości procentowej dla komórki zostanie wyświetlona w oknie kreatora sieci przestrzennej.
9. Czasami rezultatem może okazać się wartość ujemna i niestandardowy typ komórki elementarnej, w takim wypadku stosuje się redukcję sieci przestrzennej używając przycisku w kształcie strzałki pod oknem transformacji sieci przestrzennej.

#### 7.1.3.2. Wybór przez zakreślenie (drag-selection) odbić i zaznaczanie ich jako pominięte

1. Upewnij się, że pola **Select** oraz **Drag** są zaznaczone. Naciśnij lewy przycisk myszy, zakreśl pole wokół odbić, które mają zostać pominięte, kliknij prawy przycisk myszy i wybierz **Mark selection skip**. Zaznaczone odbicia zmienią kolor na czerwony, oznaczający, że zostaną pominięte. Wszystkie pominięte odbicia nie będą brane pod uwagę
w trakcie odnajdywania komórki elementarnej.

2. Kliknij pole **used**. Jedynie odbicia, które będą używane do indeksowania komórki elementarnej (a nie czerwone pominięte lub nieprawidłowe czyli niezindeksowane) są teraz widoczne.

#### 7.1.3.3. Wybór odbić pod względem intensywności i zaznaczanie ich jako pominięte

1. Wybierz **Skip filter** z górnego menu, a później **Intensity**.
2. Spowoduje to pojawienie się nowego okna zatytułowanego ‘‘Skip filter intensity”. Klikając na strzałki Max zmniejsz lub zwiększ maksymalne wartości progowe intensywności. Zwiększając próg przy użyciu prawej strzałki widać będzie znikanie odbić w głównym oknie Ewald explorer. Strzałki Min pozwalają na dostosowanie minimalnej wartości progowej intensywności. Dostosuj ustawienia Max i Min aby usunąć niechciane odbicia z okna, upewnij się, że pole ‘Use intensity filter’ jest zaznaczone i kliknij **OK**.
3. Wybierz **Flags** na pasku menu, a później **Mark invisible skip** Pojawi się okienko z pytaniem, czy chcesz zaznaczyć wszystkie „niewidzialne” piki jako pominięte. Kliknij **OK**. „Niewidzialne” piki zaznaczone przy użyciu filtra intensywności zostaną pominięte.
4. Kliknięcie w polu Show przycisku ‘skip’ Nie uwidoczni tych pików dopóki filtr intensywności jest ciągle aktywny. Aby zobaczyć te piki wybierz **Skip filter** z menu u góry okna Ewald explorer i zaznacz **Intensity**. Pojawi się okno Skip filter intensity. Kliknij kilkukrotnie w polu **Use intensity filter** aż zaznaczenie znikinie i pole będzie puste.
5. Kliknij **OK**. Wybierz przycisk **Show skip** w lewym dolnym rogu okna Ewald explorer. Wszystkie pominięte piki, w tym piki pominięte przy użyciu filtra intensywności będą teraz uwidocznione jako czerwone kropki.

## 7.1.4 Indeksowanie znaną komórką elementarną

Używając aktualnie wczytanej komórki elementarnej możliwe jest powtórne zindeksowanie pików z tabeli pików. Odbywa się to przy użyciu metody najmniejszych kwadratów. Rezultaty są pokazywane w oknie sieci przestrzennej. Więcej opcji jest dostępnych po kliknięciu przycisku w kształcie strzałki z prawej strony ikony. W ich skład wchodzą:

- Indeksowanie przy użyciu znanych: komórki elementarnej i kryteriów
- Indeksowanie liczbami niecałkowitymi
- Indeksowanie bliźniacze

Pierwsza z tych opcji pozwala na zmienianie tolerancji indeksowania (ustawionej domyślnie na 0,125 wartości liczby całkowitej).

## 7.1.5 Udokładnianie modelu (Refine instrument model)

To narzędzie pozwala użytkownikowi na ręczne kalibrowanie modelu wewnętrznego dyfraktometru. Jednakże, powinno być obsługiwane jedynie przez specjalnie wyszkolony personel.



**OSTRZEŻENIE**
**Ręczna kalibracja urządzenia powinna być przeprowadzana przez eksperta. Niewłaściwe ustawienie modelu może spowodować rozkalibrowanie dyfraktometru.**

### 7.1.6 Transformacja sieci przestrzennej (Lattice transformation)

Kliknij ten przycisk aby otworzyć okno redukcji sieci przestrzennej. Pozwala ono na wybranie szczególnych ustawień komórki i sieci Bravais'go spośród listy możliwości. Przycisk w kształcie strzałki zawiera opcję **lattice transformation with user matrix**, dzięki której może zostać wprowadzona macierz do transformacji komórki elementarnej.

### 7.1.7 Bliźniakowanie – multikryształy (Twinning - multi-crystals)

Kryształy bliźniacze są tworzone, gdy dwa lub więcej kryształów tego samego związku chemicznego rośnie wewnątrz siebie. Komórki elementarne takiej pary (lub większej liczby) komponentów są ze sobą identyczne pod względem symetrii. Sieci przestrzenne mogą nakładać się całkowicie we wszystkich trzech wymiarach (bliźniaki meroedryczne) lub w mniej niż trzech wymiarach (bliźniaki niemeroedryczne)

W wynikach można się spodziewać bliźniaków, gdy występują następujące zjawiska:

**Współużywane ściany w próbce**

**Niejednorodna polaryzacja światła w trakcie badania przy użyciu mikroskopu**

**Piki wyglądające na rozszczepione we wzorze dyfrakcyjnym**

**Problemy z indeksowaniem lub niskie wartości procentowe zindeksowanych pików**

**Trudności w rozwiązywaniu i poprawianiu struktury do rozsądnej wartości $R_1$.**

Jeżeli spodziewasz się bliźniaków jeszcze przed procesem zbierania danych, często korzystne jest odsunięcie detektora dalej niż przy zwykłym zbieraniu danych. Pomoże to w lepszym rozdzieleniu sygnałów pochodzących od każdego bliźniaka.

Pomocne może okazać się również ustawienie nieco dłuższych czasów ekspozycji i zebranie większej nadmiarowości (redundancji) sygnałów niż zazwyczaj, w celu zwiększenia ilości zebranych danych.

Rozkład danych bliźniaczych jest opisany szczegółowo w **Rozdziale 9**.

### 7.1.8 Niewspółmierności / kwazikryształy (Incommensurates / Quasi-crystals)

Struktura niewspółmierna, bądź modulowana, pochodzi z danych zawierających okresowe zaburzenie pozycji atomów (modulacja) i/lub prawdopodobieństwa obsadzenia atomów (modulacja gęstości). Wprowadza to wzrost liczby odbić satelitarnych obecnych dodatkowo obok głównej sieci przestrzennej. Odbicia satelitarne są często bardzo słabe i z tego powodu trudne do zaobserwowania. Narzędzia CrysAlis$^{Pro}$' do przetwarzania danych niewspółmiernych są szerzej omówione w **Rozdziale 10**.

### 7.1.9 Odtwarzanie zdjęć precesyjnych (Precession photo reconstruction)

To narzędzie pozwala użytkownikowi na zrekonstruowanie zdjęć precesyjnych. Osiągane jest to przy użyciu kreatora, który prowadzi użytkownika przez cały proces i potrafi wykorzystać kompletny zestaw danych lub pojedyncze przebiegi
i ramki.

1. Kreator uruchamia się klikając ikonę **Unwarping - Precession images** w kreatorze sieci przestrzennej.
2. Aktualna macierz orientacji jest wczytana, kliknij przycisk **Next,** aby kontynuować do kolejnego kroku.
3. W razie potrzeby dostosuj liczbę przebiegów / ramek używanych w rekonstrukcji poprzez kliknięcie na odpowiedni przebieg w głównym polu tekstowym. Cała linia zajmowana przez ten przebieg powinna być

zaznaczona na niebiesko. Następnie kliknij **Edit start num of selected run** lub **Edit end num of selected run**. Wprowadź pożądane parametry. Ustawienie początkowego numeru wybranego przebiegu na zero sprawi, że ten przebieg nie będzie użyty w rekonstrukcji. Kliknij **Next**.



**INFORMACJA**

**Im większa liczba zaangażowanych przebiegów / danych, tym więcej czasu zajmie rekonstrukcja**

4. Kliknij przycisk **Browse for output dir** i utwórz nowy folder, w którym będą przechowywane nowe obrazy.
5. Aby wygenerować trzy najpopularniejsze warstwy (hk0, h0l i 0kl), kliknij **Generate layers**. Zmiana porządku (order) na 1 wygeneruje także warstwy -1 i +1, dając w sumie 9 warstw. Ustaw rozdzielczość i kliknij **OK**.
6. Aby wygenerować kolejną, określoną warstwę kliknij przycisk **New layer**. Zdefiniuj pożądaną warstwę do rekonstrukcji używając trzech wektorów. W razie potrzeby wybierz uśrednianie symetrii Lauego 2d (2d Laue symmetry averaging). Używaj tej opcji jeżeli symetria kryształu jest ZNANA. Pozwoli to na szybszą i bardziej szczegółową rekonstrukcję warstwy. Jedynie dane wymagane do zdefiniowania unikalnej części warstwy muszą być obecne w zbiorze danych. Kliknij **OK**.

   Aby ustawić warstwę do zrekonstruowania, zdefiniuj płaszczyznę używając pól L1 i L2. L1 1 0 0 definiuje kierunek h, a L2 0 1 0 kierunek k, więc oba parametry łącznie definiują warstwę hk0. Zdefiniuj nazwę obrazu w polu Output name, a następnie kliknij **OK**. Możliwe jest zdefiniowanie kilku warstw do wygenerowania jako część tego samego procesu.
7. W razie potrzeby zaznacz pole opisane jako **background subtraction**. Kliknij **Next**.
8. Kliknij **Finish**.
9. Zdefiniowana warstwa bądź warstwy zostaną zrekonstruowane. Na ekranie pojawi się okno procesu, w którym będzie można obserwować przebieg rekonstrukcji po zaznaczeniu pola **layer**. Okno procesu zniknie kiedy proces zostanie ukończony.

Obrazy mogą być otwierane i oglądane w menu **Image list** na pasku kontroli obrazu. Siatka sieci odwrotnej może zostać nałożona na obrazy precesyjne poprzez kliknięcie na **Unwarp reciprocal lattice grid** w wysuwającym się menu znajdującym się obok przycisku **CCD/RED/USER** na pasku kontroli obrazu.

## 7.2. Serwis

Okno oprogramowania serwisowego również zapewnia dostęp do narzędzia kalibracji dyfraktometru. To narzędzie nie powinno być potrzebne w innych przypadkach niż instalacja sprzętu i wizyty serwisu, ale jeżeli pojawią się poważne problemy ze sprzętem, ponowna kalibracja może okazać się potrzebna.

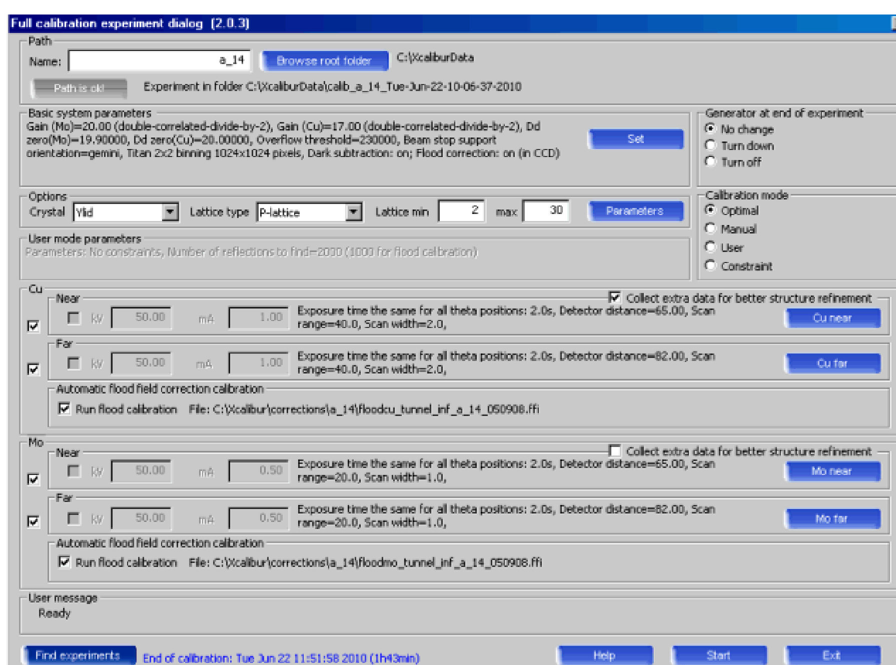
W razie potrzeby, zazwyczaj stosuje się zautomatyzowaną procedurę z danymi zbieranymi przy dwóch różnych odległościach detektora (bliskiej i dalekiej), na krysztale testowym (kryształ testowy – ylid znajduje się w zestawie
z systemem). W systemach Gemini i Dual Wavelength SuperNova procedura jest przeprowadzana zarówno dla źródła Mo jak i Co. Aby zaoszczędzić czas, eksperymenty kalibracyjne są zazwyczaj przeprowadzane bez korekcji ramek
i powtórnego mierzenia przekroczeń wartości, co może zostać włączone lub wyłączone w oknie **Calibration**

**Experiments**. Eksperyment może być dalej optymalizowany przez zmianę rozdzielczości i czasów ekspozycji. Proces kalibracji może być monitorowany w polu **Command Shell**. Po zakończeniu procesu wygenerowana zostanie informacja, która wyszczególnia parametry urządzenia, testowe wymiary komórki elementarnej i procentowe dopasowanie zindeksowanych odbić.

Z narzędzia service można uzyskać dostęp do narzędzia automatycznej kalibracji urządzenia. Zazwyczaj kalibrację przeprowadza się w dwóch celach:

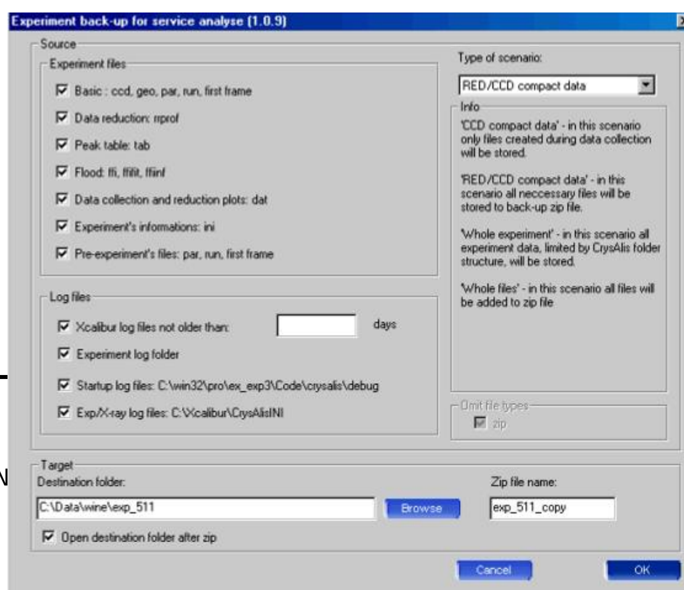
- Kalibracja modelu instrumentu
- Kalibracja modelu instrument z dodatkową kalibracją “flood”

Często dane ze standardowo mierzonej próbki są dobrym wyznacznikiem działania urządzenia, ale specjalną funkcją przeznaczoną do tego celu jest statystyka R1. Aby rezultaty eksperymentów były porównywalne, dodana została opcja, która będzie dołączać do ramek kalibracyjnych normalne zbierane ramki w celu generowania kompletnego zestawu danych.




### *Ilustracja 21 Ustawianie eksperymentów kalibracyjnych*

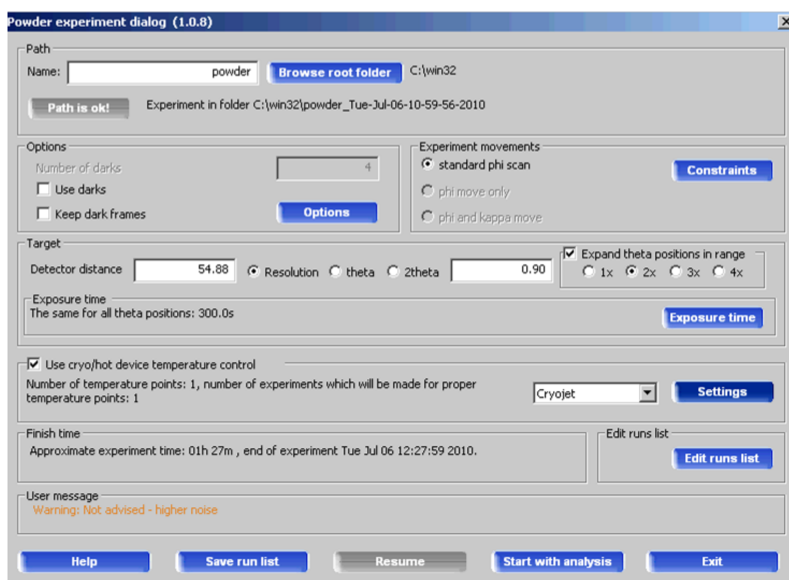
Istnieje także narzędzie **Make zip**. Użytkownicy mogą dzięki niemu skompresować całe eksperymenty do pojedynczych plików, aby w ten spodób łatwiej je archiwizować, jak również łatwiej przesyłać je do zespołu specjalistów od oprogramowania w celu rozwiązania napotkanych problemów.



*Ilustracja 22 Narzędzie do archiwiziowania eksperymentów*

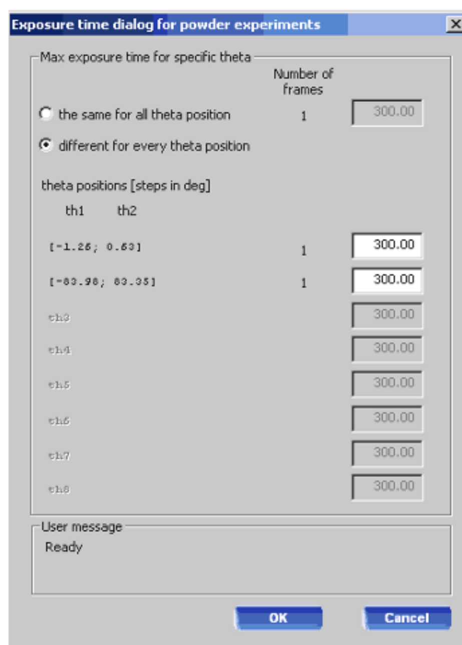
## 7.3. Dyfrakcja proszkowa (Powder diffraction)

W trybie CCD programu CrysAlis$^{Pro}$ narzędzie **Powder diffraction** pozwala na projektowanie eksperymentów proszkowych:




*Ilustracja 23 Okno dialogowe narzędzia powder power tool*

Użytkownik wybiera odległość detektora i rozdzielczość, a narzędzie ustawia resztę eksperymentu. Następnie otwiera się panel kontrolny **Exposure time** w celu ustawienia czasu ekspozycji:




***Ilustracja 24 Okienko dialogowe "exposure time" narzędzia powder power tool***

Dla modeli proszkowych ilościowych prąd ciemny nie jest konieczny. Możesz odznaczyć pole **Use darks** w polu **Options** aby przyspieszyć eksperymenty proszkowe.

Do kalibracyjnych eksperymentów proszkowych możesz użyć opcji **Expand theta positions in range**, która dołączy więcej nakładających się pozycji theta do listy przebiegu eksperymentu, aby zobaczyć ten sam pierścień w różnych warunkach.

## 7.4. Pojedyncze obrazy (Single images)

Kliknięcie na ikonę **single images** wyświetla pole z opcjami:

**Zarejestruj nieruchomy obraz (Record a still image)**

**Wykonaj skanowanie fi (Make a phi scan)**

**Wykonaj skanowanie omega (Make an omega scan)**

**Wykonaj zdjęcie obrotowe (Make a rotation photo)**

**Zdjęcia osiowe (Axial photographs )**

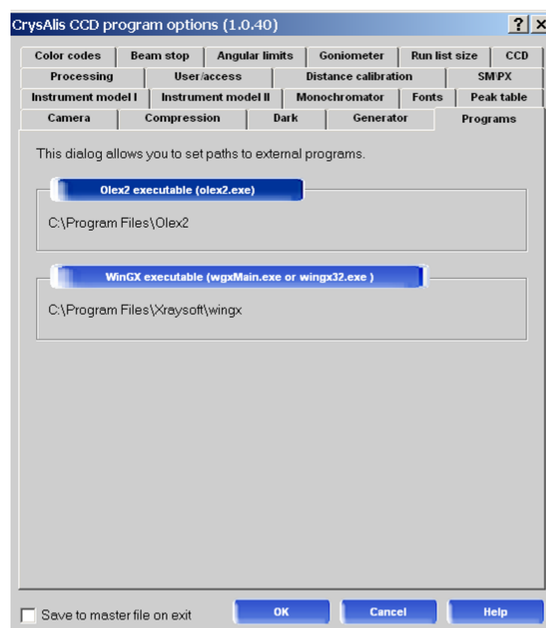
**Sortowanie zbioru danych (Screening data collection)**

Podczas pracy w trybie online jedynie opcja zdjęć osiowych jest dostępna. Pozwala na obliczenie pozycji, z której można wykonać zdjęcie.

Kliknij na opcję, aby ją wybrać, następnie kliknij przycisk **Start**.

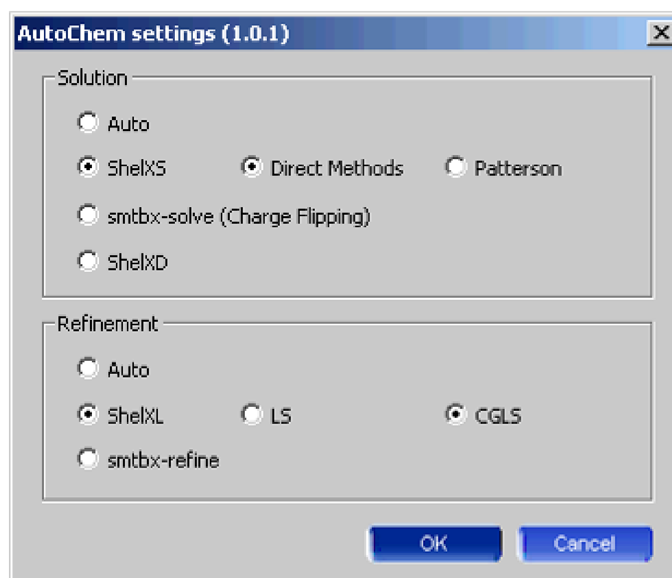
## 7.5. AutoChem

Program Olex2 w wersji 1.1 jest w pełni obsługiwany przez CrysAlisPro. Użytkownik może także zainstalować kilka jego wersji równolegle. Wersja, która jest obecnie w użyciu jest zaznaczona w panelu opcji narzędzi (patrz Ilustracja 27).



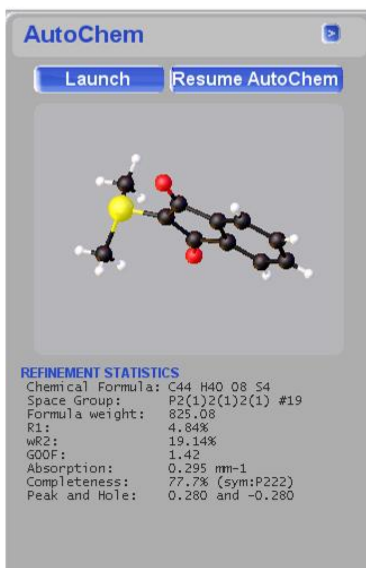

***Ilustracja 25 Karta programów w panelu ustawień opcji CCD***

Panel kontrolny program AutoChem dostępny będzie, jeżeli masz zainstalowany ten program.
W obecnym momencie obsługujemy następujące metody rozwiązywania struktur: ShelXS, smtbx charge-flipping i ShelXD. Jako metody udokładniania obsługujemy: ShelXL i smtbx-refine. W programie Olex2 możliwe jest także zainstalowanie metod rozwiązywania SuperFlip i SIR



***Ilustracja 26*** **Panel ustawień *AutoChem***

Zarówno AutoChem jak i Olex2 dzielą obecnie ten sam folder struktur. To sprawia, że łatwiej jest ocenić strukturę określoną przez AutoChem po równoległej redukcji danych. Z tego też powodu, działanie programu AutoChem musi zostać wstrzymane w trybie równoległej redukcji danych w czasie, gdy otwarty jest Olex2.




***Ilustracja 27 AutoChem – karta informacyjna***

# 8. Przeglądanie i manipulowanie danymi

Po zakończeniu eksperymentu w głównym oknie CrysAlis$^{Pro}$ pojawi się karta redukcji danych wyświetlająca wiele informacji. Jednakże, aby otrzymać bardziej szczegółowe wyniki eksperymentu można użyć narzędzia **Inspect data reduction results and refinalize with user corrections** (4. narzędzie Power Tool ), które zawiera całe bogactwo informacji na temat zakończonego właśnie eksperymentu.

Obszar **Data reduction File contents** zawiera podsumowanie informacji na temat wymiarów komórki i macierzy orientacji użytej do integracji z wyszczególnieniem przebieg po przebiegu: typu skanowania, zakresu kątów, czasu ekspozycji, odległości detektora i liczby odbić zarejestrowanych w każdym przebiegu.

Karta **Data reduction output** zawiera pełny rejestr procesu automatycznej redukcji danych. Karta zawiera informacje na temat ustawień generatora, temperatury w trakcie zbierania danych, informacje na temat wszystkich powtórnie zmierzonych ramek, parametrów dopasowywania profilu, odrzuconych wartości odstających, określenia grupy przestrzennej i końcowych podsumowanych statystyk, pozwalające na dogłębny przegląd wszystkich aspektów procesu redukcji.

Karta **Data collection output** zawiera informacje zdobyte w trakcie eksperymentu, zwłaszcza odnoszące się do powtórnie zmierzonych ramek i przekroczeń. Ten rejestr wyświetla również informacje o wszystkich problemach i błędach napotkanych w trakcie eksperymentu.

Okno obszaru **Red Graphs** wyświetla wizualne podsumowanie współczynników skalowania, wykres "ramka po ramce" $R_{int}$ oraz wiele porównań dotyczących zakresu i kompletności danych.

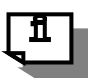
Karta **Devices Plots** zawiera graficzne informacje o sprzęcie. W ich skład wchodzi: **Spellman/SuperN** (rejestr wartości napięcia i prądu dla użytkowników generatorów obsługiwanych przy użyciu oprogramowania), **CCDSCAM** (wykres temperatury CCD dla detektorów typu Eos, Atlas i Titan), **FIP60** ( taki sam wykres dla detekorów Sapphire, Ruby i Onyx), **Cryojet** (wykres temperatury i natężenia przepływu od numeru zarejestrowanej ramki) i dwa dodatkowe wykresy dla urządzeń XrayChiller i CCDChiller.

Jeżeli proces redukcji danych został przeprowadzony wielokrotnie, a wyniki procesów zapisane w plikach o różnych nazwach, statystyki dla każdego z procesów można obejrzeć wyszukując odpowiedni plik w menu u dołu okna.

## 8.1. Refinalizacja

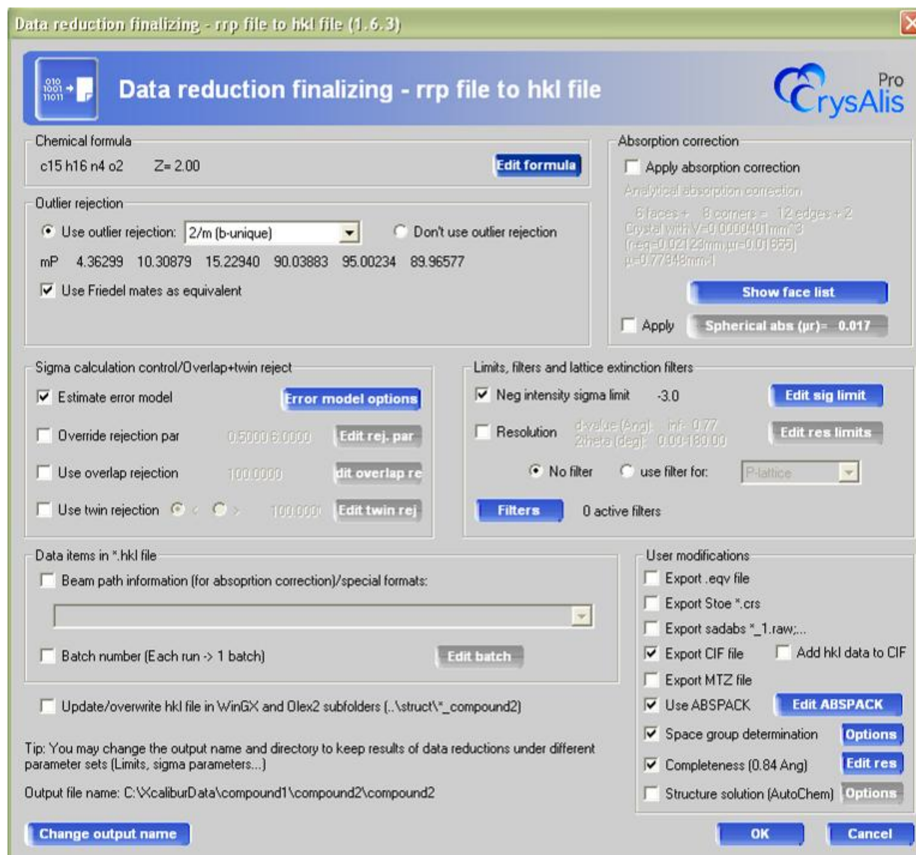
Jeżeli użytkownik chce powtórnie przetworzyć dane, przycisk **Refinalize** aktywuje nowe okno, poprzez które wiele aspektów procesu redukcji danych może być dostosowanych (Ilustracja 14). Zastosowana może zostać symetria Lauego i odrzucenie wartości odstających, jak również ograniczenia, filtry i ekstynkcje sieci przestrzennej.

Proces redukcji danych generuje plik *.rrpprof, który zawiera wszystkie zintegrowane dane. Ostatnim krokiem procesu redukcji danych jest finalizacja, w trakcie której z pliku *.rrpprof generowany jest plik *.hkl przez zastosowanie symetrii Lauego, grupy przestrzennej, wieloskanowej korekcji absorpcji i skalowania ramek (oba procesy przy użyciu modułu ABSPACK). Dane mogą zostać zrefinalizowane wielokrotnie przy użyciu różnych parametrów, generując wiele plików *.hkl.



**INFORMACJA**

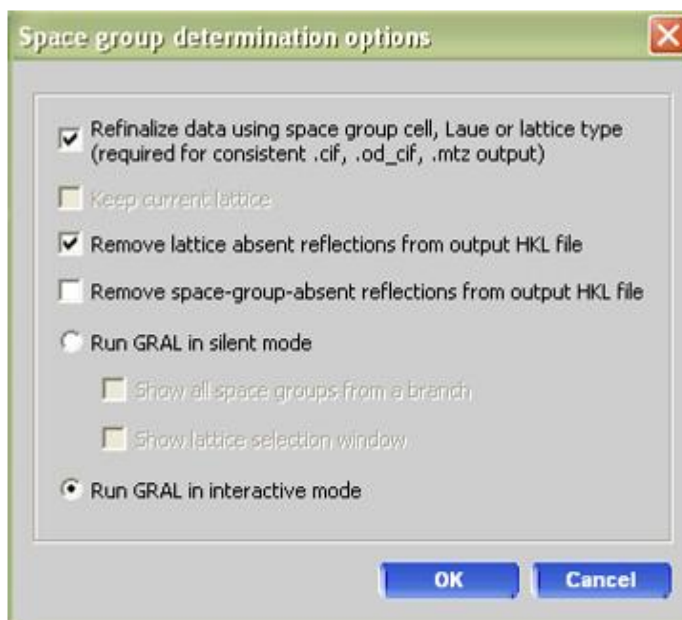
**Najlepszym sposobem na utrzymanie spójności pomiędzy wszystkimi plikami (*.hkl, *.ins, *.cif) dla danego eksperymentu jest używanie menu Refinalization do wprowadzania jakichkolwiek zmian**




***Ilustracja 28 Interfejs graficzny refinalizacji redukcji danych***

## 8.2. Używanie programu GRAL w trybie interaktywnym

Moduł określający grupę przestrzenną może zostać uruchomiony w trybie interaktywnym. Jest to bardzo pomocne
w przypadkach, gdzie dane X-ray są słabe, przez co procedura automatyczna zawodzi. Interaktywny GRAL uruchamia się przez otworzenie panelu opcji (**Options**) określania grupy przestrzennej z okna finalizacji procesu redukcji danych (Ilustracja 30) i wybierając odpowiednie pole.




***Ilustracja 29    Okno opcji określania grupy przestrzennej.***

Kiedy uruchomi się interaktywny GRAL użytkownikowi prezentowana jest seria paneli pokazujących dane związane
z określaniem grupy przestrzennej. Górna część panelu zawiera dane eksperymentalne. Dół zawiera szereg pól wyboru. Jedna z tamtych opcji musi być zaznaczona zanim przejdzie się do następnego panelu. Kiedy panel zostanie wywołany po raz pierwszy, jedna z opcji będzie ustawiona automatycznie. Użytkownik musi przyjąć ten wybór lub wybrać swoją opcję opartą na własnej interpretacji danych eksperymentalnych pokazanych w górnej części panelu. Proces jest następnie kontynuowany w celu przyporządkowania grupy przestrzennej i ustalenia właściwości komórki elementarnej.

Szczegółowa lista zawartości każdego z kolejno pojawiających się paneli i możliwych odpowiedzi użytkownika:

1. Na początku ustala się centrowanie sieci przestrzennej. Tabela statystyk pozwala użytkownikowi na sprawdzenie jego wyboru. Jeżeli użytkownik życzy sobie zmienić wybór, wtedy można poprzez kliknięcie zaznaczyć inne pole,
a następnie kliknąć **Apply**, aby kontynuować do następnego kroku.
2. Redukcja Niggli jest stosowana na danych, a użytkownik ma możliwość zastosowania macierzy transformacyjnej na oryginalną komórkę. Kliknij **Apply**.
3. Narzędzie **Space group** zawiera listę sieci Bravais'go i podświetla na niebiesko wybór podpowiadany przez program. Kliknięcie **Apply** zaakceptuje ten wybór, jednakże każda z alternatywnych sieci może zostać wybrana poprzez kliknięcie danej opcji w polu tekstowym i kliknięcie **Apply**.
4. Po redukcji Niggli powtórnie sprawdzane jest centrowanie komórki. Kliknij **Apply**.
5. Dane są teraz sprawdzane na obecność acentrycznych lub centrycznych statystyk E. Użytkownik może wybrać pomiędzy ustawieniami centrosymetrycznymi lub niecentrosymetrycznymi poprzez zaznaczenie odpowiedniego pola wyboru i kliknięcie **Apply**.

6. Narzędzie Space group sprawdza teraz wyjątki braków w regularności i tworzy tabelę statystyk w celu upewnienia się użytkownika co do wybranej grupy przestrzennej. Użytkownik może zaakceptować preferowany wybór (który jest podświetlony) klikając **Apply** lub wybrać spośród wyborów alternatywnych jeżeli są obecne.
7. Na koniec przygotowywany jest plik *.ins do użytku z programami do rozwiązywania struktury. Użytkownik może edytować wzór cząsteczki i liczbę Z w odpowiednich polach. Kliknięcie przycisku **Test** pozwala użytkownikowi na sprawdzenie masy cząsteczkowej, korekcji absorpcji μ, gęstości itp. pod względem zgodności ze wzorem chemicznym i liczbą Z. Aktualna zawartość pliku *.ins jest wyświetlona po lewej stronie ekranu. Kliknięcie **Finish** tworzy pliki *.ins i *.hkl i zamyka narzędzie.

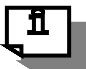
## 8.3. Filtrowanie danych

Menu flitrów (**Filters**) pozwala użytkownikowi na pominięcie określonych przebiegów, ramek, intensywności, wartości theta, wartości stosunku I/σ i różnych innych wielkości ze zrefinalizowanych danych. W menu filtrów kliknij **Add**,
a następnie ustaw filtr używając warunku odrzucenia i odpowiedniej wartości. Najczęściej używane są filtry Run, Run-frame, d-value i Rint.

Aby pominąć szczególny przebieg, użyj warunku równości (=) i wybierz numer przebiegu, który chcesz usunąć. Surowe skalowanie danych może być powodem do usunięcia przebiegu, numer przebiegu może zostać odczytany z wykresu absscale.

Aby pominąć pojedynczą ramkę, użyj filtra run-frame (= numer przebiegu numer ramki).

Aby pominąć grupy ramek (na przykład z powodu oblodzenia), użyj tego samego filtra z dwoma warunkami. Na przykład, aby pominąć ramki od 11 do 20 z przebiegu 2 użyj warunku (>2 10) i dodaj drugi warunek (<=2 20).



**INFORMACJA**

**Filtrowanie danych prowadzi do nieodwracalnych strat w kompletności danych. Z tego powodu filtry powinny być stosowane jedynie w przypadku absolutnej konieczności**

## 8.4. Stosowanie korekcji absorpcji

Korekcja absorpcji może być zastosowana (jeżeli kształt kryształu został już określony – patrz punkt 8.5.) poprzez zaznaczenie pola **Apply absorption correction** w prawym górnym rogu okna. Współczynnik absorpcji (μ) nie jest zawsze obliczany automatycznie i dlatego może to być wykonane przez ustawienie wzoru i wartości Z klikając na przycisk **Show face list**. Sferyczna korekcja absorpcji może być także zastosowana przez zaznaczenie **Apply** obok przycisku **Spherical abs** i wprowadzenie odpowiedniej wartości μ*r, gdzie r jest śrenim promieniem kryształu..

Współczynniki transmisji, powstałe przez korekcję absorpcji znajdują się w pliku *.cif generowanym przez refinalizację.

## 8.5. Modelowanie kształtu kryształu (indeksowanie ścian)

Przycisk **Abs display** otwiera okno wyświetlające film (o ile został wcześniej zarejestrowany film dla kryształu). Kryształ może być obracany przy użyciu klawiszy Page Up i Page Down.

Kształt kryształu jest definiowany z zachowaniem wartości hkl i xyz. Indeksy hkl odnoszą się do komórki zdefiniowanej podczas indeksowania ściany kryształu (**face-indexing**). Jednak jako, że komórka jest także definiowana przez standardowe współrzędne xyz, gdy komórka zostanie zmieniona w jakikolwiek sposób, orientacja modelu nie ulegnie zmianie. Natomiast indeksy hkl zmienią się odpowiednio do nowej komórki i mogą przestać być wartościami całkowitymi.

Początkowo centrum kryształu musi być zdefiniowane przez kliknięcie prawym przyciskiem myszy w odpowiednim miejscu i wybranie opcji **Define center.** Kliknięcie lewym przyciskiem myszy i przeciągnięcie po ekranie narysuje dwa wektory (dla ściany głównej i zwierciadlanej). Wektor musi być narysowany w taki sposób, aby był zgodny ze ścianą prostopadłą do ekranu. Wartości hkl dla narysowanego wektora wyświetlają się u dołu ekranu. Ścianę można dodać do listy poprzez kliknięcie prawym przyciskiem myszy w oknie i wybranie w wyskakującym oknie opcji **Add face** – dodaj ścianę (lub **Add mirror faces** – dodaj ściany zwierciadlane). W przypadku doskonałym naturalne ściany powinny mieć naturalne indeksy (1 0 0, 0 1 0 itd.). Natomiast bardziej prawdopodobne jest, że zostaną zaobserwowane ściany
z indeksami np. 1 0 10 i 22 0 3. Są to tak naprawdę ściany o indeksach 0 0 1 i 1 0 0, ale z powodu różnych błędów modelu wektory nie zgadzają się idealnie z naturalnymi ścianami.

Użytkownik może ręcznie edytować listę ścian, a także kontrolować więcej aspektów procesu indeksowania w karcie **Faces**, w oknie konfiguracji filmu kryształu (**Crystal movie configuration**). Kiedy zostanie dodana wystarczająca liczba ścian do zdefiniowania kształtu 3D, model kształtu zostanie nałożony na obraz filmu. Kliknięcie na ścianę w karcie **Faces** podświetli ją na czerwono na obrazie ułatwiając identyfikację i edycję.

Udokładnianie zdefiniowanego kształtu kryształu może zostać przeprowadzone poprzez kliknięcie przycisku **Scale3 abs** w oknie wyników procesu redukcji danych (**Data reduction results)**.

Film szkoleniowy demonstrujący jasno, na danym przykładzie, proces indeksowania ścian można pobrać ze strony forum użytkowników urządzeń X-ray firmy Agilent forum.oxford-diffraction.com.

.

# 9. Bliźniakowanie (Twinning)

Kryształy bliźniacze są tworzone, gdy dwa lub więcej kryształów tego samego związku chemicznego rośnie wewnątrz siebie. Komórki elementarne takiej pary (lub większej liczby) komponentów są ze sobą identyczne pod względem symetrii. Sieci przestrzenne mogą nakładać się całkowicie we wszystkich trzech wymiarach (bliźniaki meroedryczne) lub w mniej niż trzech wymiarach (bliźniaki niemeroedryczne)

W wynikach można się spodziewać bliźniaków, gdy występują następujące zjawiska:

**Współużywane ściany w próbce**

**Niejednorodna polaryzacja światła w trakcie badania przy użyciu mikroskopu**

**Piki wyglądające na rozszczepione we wzorze dyfrakcyjnym**

**Problemy z indeksowaniem lub niskie wartości procentowe zindeksowanych pików**

**Trudności w rozwiązywaniu i poprawianiu struktury do rozsądnej wartości $R_1$.**

**Dwie lub więcej sieci przestrzennych wyraźnie widocznych w trójwymiarowym widoku sieci przestrzennej programu Ewald explorer**

Jeżeli spodziewasz się bliźniaków jeszcze przed procesem zbierania danych, często korzystne jest odsunięcie detektora dalej niż przy zwykłym zbieraniu danych. Pomoże to w lepszym rozdzieleniu sygnałów pochodzących od każdego bliźniaka.

Pomocne może okazać się również ustawienie nieco dłuższych czasów ekspozycji i zebranie większej nadmiarowości (redundancji) sygnałów niż zazwyczaj, w celu zwiększenia ilości zebranych danych.

Film szkoleniowy demonstrujący jasno, na określonym przykładzie, obróbkę danych dla kryształów bliźniaczych można pobrać ze strony forum użytkowników urządzeń X-ray firmy Agilent forum.oxford-diffraction.com.

Film ten jest szczególnie przydatny w przypadku pierwszego kontaktu z narzędziami do obróbki danych tego typu.

## 9.1. Automatyczne odnajdywanie sieci bliźniaczych

Wyszukiwanie sieci bliźniaczych jest tak niezwykle prostą procedurą, że warto jest sprawdzić możliwość zbliźniaczenia kryształów w każdym przypadku napotkania nietypowych bądź problematycznych danych.

Aby uzyskać dostęp do zautomatyzowanego narzędzia wyszukiwania sieci bliźniaczych wybierz pozycję **Unit cell finding with options** znajdującą się w części **Unit cell finding** kreatora sieci przestrzennej (**Lattice wizard**).

1. Zaznacz pole wyboru bliźniak / multukryształ (**Twin / multicrystal**), po czym wybierz liczbę wyszukiwanych komponentów. Zazwyczaj najlepiej jest zacząć od szukania dwóch sieci przestrzennych, a dopiero później szukać większej liczby komórek w przypadku, gdy wydaje się koniecznym sprawdzenie pozostałych niezindeksowanych odbić.
2. Pole 'Force identical lattice for all components' (wymuś identyczne sieci przestrzenne dla wszystkich komponentów) jest domyślnie zaznaczone. Jeżeli program ciągle znajduje dwie zdecydowanie różniące się sieci przestrzenne, kryształ prawdopodobnie nie jest bliźniakiem.
3. Pewne kryształy mogą dawać w wynikach podejrzanie duże komórki elementarne z powodu pojawienia się nieprawdziwych, za długich osi. Przyczyną tego jest nakładanie się sieci bliźniaczych. Aby temu zapobiec wyszukiwanie sieci uwielokrotnionych może być przeprowadzone z narzuceniem ograniczeń na osie

komórki. Przykład pokazany w filmie szkoleniowym na temat kryształów bliźniaczych jest przypadkiem, w którym ograniczenia są konieczne do odnalezienia komórek o rozsądnych wymiarach. Najczęściej wybór górnego limitu rzędu 20-30 Å powinien pomóc. Przycisk **Calc** wywołuje okno, dzięki któremu można oszacować objętość i wymiary komórki elementarnej oparte na wzorze chemicznym i układzie krystalograficznym.

4. Kliknięcie **OK**, sprawi wyświetlenie w oknie po lewej stronie dwóch lub więcej komórek otrzymanych przez program. Powinny one być mniej więcej identyczne. Indeksowanie bliźniaków jest przeprowadzane automatycznie jako część procesu.
5. Komórki są automatycznie zapisane w narzędziu **Twinning / multi-crystal**. Związek pomiędzy komórkami jest wyświetlony w oknie jako rotacja:

   Rot(UB1,UB2) = x kąt wokół a* b* c* (rec) a b c (dir)

6. Wyświetlane są związki pomiędzy maksymalnie czterema komponentami.
7. Jedną z najlepszych metod oszacowania jakości odnalezionych sieci bliźniaczych jest ich obrazowanie przy użyciu modułu **Ewald explorer** (patrz punkt **9.3** poniżej).

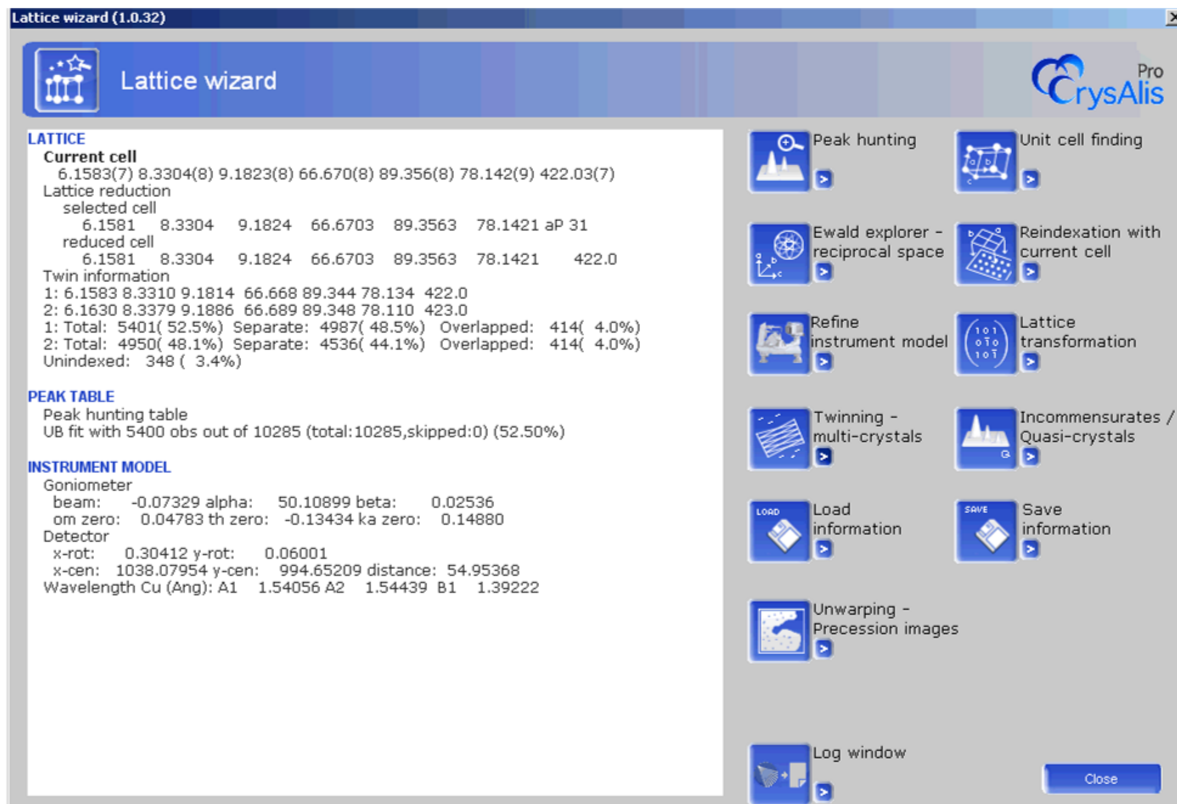
## 9.2. Ręczne indeksowanie sieci bliźniaczych

W przypadku, gdy użytkownik chciałby narzucić samodzielnie zdefiniowaną komórkę, która nie jest odnajdywana przez program automatycznego odnajdywania komórek uwielokrotnionych, należy wykonać następujące kroki:

1. Po zakończeniu procesu zbierania danych przeprowadź wyszukiwanie pików (ikona **Peak hunting**).
2. Znajdź odpowiednią komórkę elementarną używając narzędzi do tego celu (patrz sekcja **7.1**).
3. Wybrana komórka zostanie wyświetlona w oknie kreatora sieci przestrzennej po lewej stronie. Zapisz pierwszą macierz bliźniaczą klikając ikonę **Twinning - multi-crystals** w kreatorze sieci przestrzennej.
4. Kliknij pole wyboru **Component 1,** po czym wybierz przycisk **Current UB to twin**. Macierz UB zostanie wyswietlona w dolnym oknie. Kliknij **OK**.
5. Kliknij na ikonę **Ewald explorer** i zaznacz pole **Show wrong** (pokaż niepoprawne), dzięki czemu tylko niepoprawnie zindeksowane odbicia będą widoczne.
6. Zindeksowane odbicia muszą zostać pominięte, aby można było zindeksować drugiego bliźniaka. Kliknij przycisk zoom i oddal widok tak, aby wszystkie odbicia były widoczne na ekranie. Zaznacz pole **Drag** i przytrzymując lewy przycisk myszy zakreśl prostokąt obejmujący wszystkie odbicia. Kliknij prawym przyciskiem i oznacz zaznaczenie jako pominięte (**Mark selection skip**). Odbicia zmienią kolor na czerwony. Otwórz menu **Flags** i wybierz w nim opcję **Invert used and skipped** (zamień używane na pominięte). Kliknij pole wyboru **Show: all** i **OK**, a następnie kliknij ikonę **Unit cell finding** w kreatorze sieci przestrzennej.
7. Kiedy druga komórka zostanie odnaleziona, zostanie pokazana w oknie z lewej strony kreatora sieci przestrzennej.
8. Kliknij ikonę **Twinning / multi-crystals** aby zapisać drugą sieć przestrzenną jako drugi komponent. Zaznacz **Component 2** i kliknij na pole **Current UB to twin**. Dwa komponenty bliźniacze są już zapisane w pamięci.
9. Kliknij **OK**, aby wyjść z okna **UM TWIN**.

10. Zindeksuj i udokładnij obie komórki klikając na strzałkę z prawej strony ikony **twinning multi-crystals** i wybierając **Twin indexation**. Upewnij się, że pola wyboru **01 R1 02** i **R2** są zaznaczone i kliknij **OK**. Komórki zostaną poprawione i wyświetlone w oknie kreatora sieci przestrzennej (kliknij **Yes**, gdy pojawi się pytanie).

Kiedy bliźniaki zostaną znalezione, informacje o nich zostaną wyświetlone w głównym panelu kreatora sieci przestrzennej.




***Ilustracja 30 Panel kreatora sieci przestrzennej pokazujący informacje o bliźniakach***

## 9.3. Wizualizowanie bliźniaków

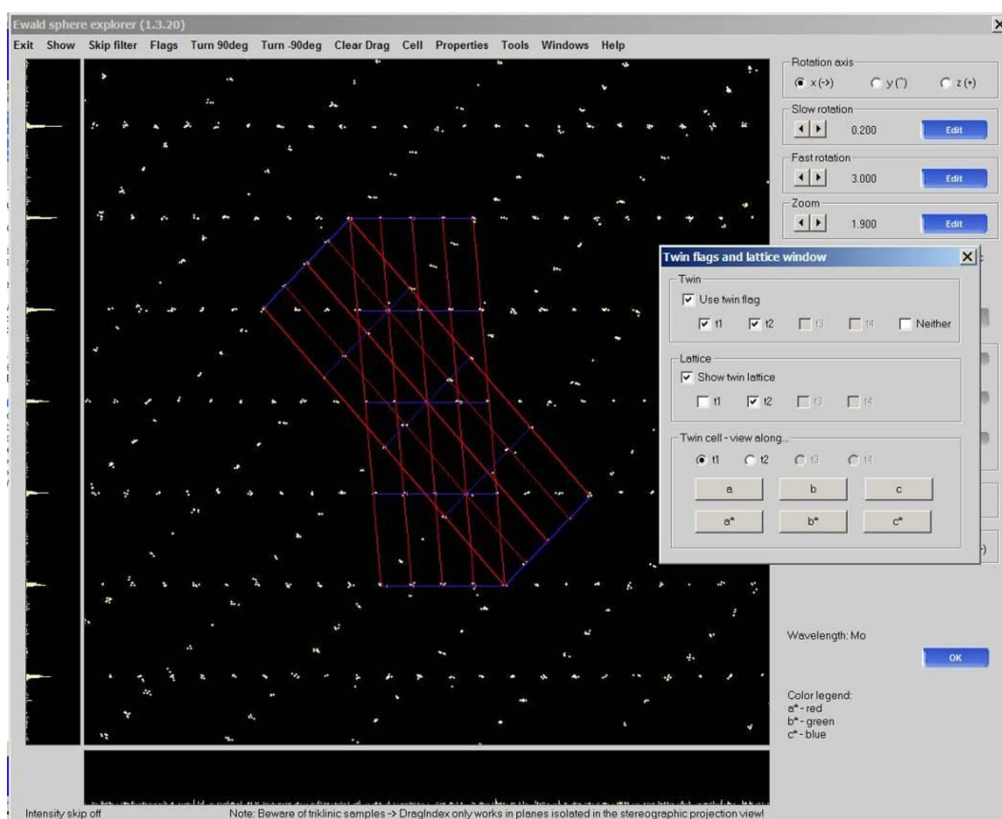
Aby zwizualizować macierze bliźniacze;

1. Otwórz moduł **Ewald explorer**, kliknij **Show** w pasku menu i wybierz opcję pokazywania bliźniaczych flag i sieci (**Show twin flags and twin lattice**) (Ilustracja 33). Wywoła to okno z przełączalnymi polami dla maksymalnie czterech komponentów. Zaznaczenie pola **Use twin flag** pozwoli na włączanie i wyłączanie każdego komponentu zgodnie z jego flagą (znacznikiem stanu). Flagi można zobaczyć w tabeli pików, do której dostęp uzyskuje się klikając na małą ikonę strzałki znajdującą się obok ikony **Ewald explorer**.

2. Pole wizualizacji sieci bliźniaczej (**Show twin lattice**) pozwala użytkownikowi na oddzielne włączenie i wyłączanie nakładania każdej sieci przestrzennej.

3. Narzędzie **Twin cell – view along** (komórka bliźniacza – widok wzdłuż) pozwala na obracanie widokiem i możliwość ustawienia go wzdłuż dowolnej osi wszystkich, maksymalnie 4 komponentów tool means that the sphere of data can be rotated to view along any axis of up to 4 components.

4. Jeśli użytkownik chciałby sprawdzić, czy znalezione komponenty stanowią większość odbić (spośród odbić uporządkowanych), należy włączyć tylko opcję **Neither reflections** (nieużywane odbicia). Patrząc na te odbicia zazwyczaj łatwo określić, czy warto jest szukać dalszych komponentów bliźniaczych.




***Ilustracja 31 Ewald explorer – wizualizacja bliźniaczych flag i sieci***

## 9.4. Redukcja zestawu danych bliźniaczych

1. Kliknij przycisk **START/STOP** i wybierz opcję **Data reduction with options (Twin)**.
2. Menu **Twinning – multi-crystal** będzie już aktywne, z polami wyboru zaznaczonymi dla takiej liczby komponentów, jaka została uprzednio zdefiniowana. Wyłącz komponenty, które mają zostać zintegrowane.
3. Wybierz odpowiednią opcję śledzenia modelu (patrz Sekcja **6.5.1**). Może to okazać się istotne, gdyż środek ciężkości poszczególnych zbliźniaczonych komponentów nie musi leżeć w środku ciężkości kryształu widzianego
z zewnątrz.
4. Postępuj tak jak w zwykłym procesie redukcji danych pamiętając o wyczyszczeniu danych z poprzedniego przebiegu (**Clear data from previous run)** gdy zostanie wyświetlona odpowiednia podpowiedź.
5. Kliknij **Finish** – rozpocznie się proces redukcji danych.
6. Ramki będą przetwarzane wielokrotnie, po razie dla każdego zbliźniaczonego komponentu.
7. Po zakończeniu redukcji, wszystkie najważniejsze informacje zostaną wyświetlone w karcie redukcji danych (Ilustracja 34). Znadjuje się tam stosunek bliźniaków (ratio) zawierający liczbę odbić przypisanych każdemu

z komponentów, a także statystyki $R_{int}$ oraz I/sig zarówno dla oddzielonych jak i nałożonych odbić (hklf4 i hklf5).

Data Reduction

FRAMES/RUNS
```
In run list: 188/3, used: 188/3
```
3D PROFILE ANALYSIS (twin component #1)
```
Frames done: 188
Reflections tested: 10323, used: 5129
Avg mosaicity (in degrees) - 3 run(s)
 e1=0.88, e2=0.88, e3=0.98
```
3D INTEGRATION & FITTING (twin component #1)
```
Frames done: 188
Fitted: 10511, overflow: 0, hidden: 769
Outliers rejected: 0
```
FINALIZATION INPUT FILE
```
Filename: tenerife
```
SCALING / NUMERICAL ABSORPTION
```
Empirical abs (e=2 o=0):  min=0.97,max=1.03
Frame scales ( 1/scale):  min=0.95,max=1.04
```
TWIN ANALYSIS
```
Component  Ratio Isolated Overlapped
     1      0.52    5922      4506
     2      0.48    5897      4506
```
DECOMPOSED TWIN DATA STATISTICS (<0.80 overlap)
```
Component  Redundancy F2/sig(F2)  Rint
     1          2.0       11.4     0.078
     2          2.0       10.7     0.082
Overlap limit for HKLF4 export: 0.80
```
TWIN HKLF5 STATISTICS FOR OVERLAPPED OBS
```
Components Redundancy F2/sig(F2)  Rint
    1,2        1.8       17.4     0.039
```
SPACE GROUP DESCRIPTOR
```
P2(1)/n  Group #: 14 (3 SG found)
no data coverage:  0k0,
```
DATA REDUCTION OPTIONS
```
3D profile fitting used
```

Proces redukcji danych produkuje pojedynczy plik HKLF4 na każdą sieć bliźniaczą. Każdy plik jest jasno oznaczony
w następujący sposób: nazwa_twin1_hklf4.hkl, nazwa_twin2_hklf4.hkl itd. Pliki hklf4 są standardowymi plikami danych
i są przeznaczone do użycia w rozwiązywaniu struktur. Największe szanse na rozwiązanie struktury otrzymuje się używając pliku pochodzącego od głównego komponentu, którym jest zazwyczaj twin1_hklf4.hkl, to jednak zależy od tego która komórka została odnaleziona jako pierwsza i co za tym idzie została zapisana jako komponent numer 1.

### *Ilustracja 32    Karta redukcji danych pokazująca statystyki bliźniaków*

W karcie redukcji danych (Ilustracja 34) znajduje się linijka zatytułowana 'Overlap limit for HKLF4 export: 0.8'. Oznacza to, że każde odbicie nakładające się w więcej niż 80% z innym odbiciem zostanie odrzucone z plików HKLF4. Pomaga to
w rozwiązywaniu struktur, gdyż niektóre odbicia są tak poważnie zniekształcone, że przy ich użyciu znalezienie rozwiązania struktury jest niemal niemożliwe. Wartość 80% zazwyczaj dobrze się sprawdza, ale może zostać zmieniona w trakcie finalizowania danych (patrz Sekcja **9.5**)

Pozycja **Decomposed twin data statistics** (rozdzielone statystyki danych bliźniaków) zawiera wartości $R_{int}$ dla każdego z komponentów. Te wartości mogą byź czasami wyższe niż przypuszczaliśmy wcześniej. Jest to spowodowane przez usuwanie niepoprawnie nałożonych odbić.

Wartość $R_{int}$ znajdująca się w pozycji **Twin HKLF5 statistics for overlapped observations** (bliźniacze HKLF5 dla nałożonych obserwacji) wskazuje poziom powodzenia procesu redukcji danych bliźniaczych. Bardziej szczegółowe dane wyjściowe mogą zostać znalezione w oknie **Command Shell**. Wartości $R_{int}$ są wyświetlane zarówno dla oddzielonych jak i nałożonych odbić w pliku HKLF5. Plik ten nazywa się nazwa_twin1_hklf5_merged.hkl. Tak samo jak z plikami HKLF4, plik z danymi bliźniaczymi posiada wartość graniczną nakładania się odbić na poziomie 0.8 lub 80% (wartość domyślna). Żadne odbicia nie są jednak odrzucane. W tym przypadku wartość ta oznacza limit, poniżej którego odbycia są traktowane jako oddzielne, a powyżej – jak pojedyncze odbicie.

Gdy struktura zostanie rozwiązana oraz udokładnianie struktury zostanie zakończone, strukturę można jeszcze poprawić używając pliku danych bliźniaczych (HKLF5). W pliku *.ins komenda odnosząca się do HKLF4 musi zostać zmieniona na HKLF5. Komenda BASF musi także zostać wprowadzona do pliku razem z liczbą definiującą stosunek komponentów bliźniaczych. Liczba ta zmieni się, ale początkowa jej wartość zostanie podana przez CrysAlis^Pro i będzie można ją znaleźć w oknie command shell. W przypadku więcej niż 2 komponentów zbliźniaczonych, wymaganych jest więcej komend BASF wraz z odpowiednimi liczbami. Szczegółowe informacje o tym, co powinno zostać zawarte w komendach znaleźć można w oknie command shell.



**INFORMACJA**

**Nie można rozwiązywać struktury używając pliku HKLF5. Do tego celu jest potrzebny plik HKLF4 zawierający informacje o pojedynczej sieci przestrzennej.**

## 9.5. Finalizacja danych bliźniaczych

Tak samo jak przy standardowych zestawach danych, dane pochodzące od bliźniaków mogą być poprawiane poprzez zmianę ustawień w module **Twin finalization** (finalizowanie bliźniaków). Jest to 5. z narzędzi grupy Power Tools i jest ono dostępne po przeprowadzeniu redukcji danych bliźniaczych. Wszystkie standardowe opcje są dostępne, wśród nich:

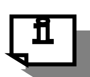
- Edycja wzoru chemicznego (**Chemical formula editing**)
- Manipulowanie symetrią Lauego i parami Friedela (**Laue symmetry and Friedel mates manipulation**)
- Wieloskanowa absorpcja i skalowanie (**Multiscan absorption and scaling**)
- Zastosowanie korekcji zbsorpcji ściennie zindeksowanych (**Face-indexed absorption corrections**)
- Filtry i scalanie (**Filters and merging**)
- Określanie grupy przestrzennej (**Space group determination**) (zawierające okno opcji grupy przestrzennej zapewniające specyficzną kontrolę)

Unikalną dla finalizacji danych bliźniaczych opcją jest ustawienie progu pełnego nakładania (**Full Overlap Threshold).** Definiuje ono poziom nakładania się, poniżej którego częściowo nakładające się odbicia bliźniaków są rozdzielane na wkłady pojedynczych komponentów bliźniaczych. Parametr ten może być ustawiony w granicach od 0 do 1 (domyślną wartością jest 0,8). Zmiana tego progu może pomóc w przypadkach, gdzie nie można otrzymać rozwiązania struktury bądź w przypadkach, w których udokładnianie przy użyciu danych HKLF5 nie przynosi żadnych efektów. Dobrym przykładem jest przypadek, w którym dwie sieci przestrzenne są obecne, ale sprawiają wrażenie jakby miały bardzo mały lub zerowy wpływ na siebie nawzajem. W pewnym tego typu przypadku z 15000 odbić podzielonych pomiędzy dwa komponenty tylko 110 z nich w jakikolwiek sposób nakładało się. Jednak wystarczyło to, aby spowodować problemy

z udokładnieniem parametru Flacka do przypisania konfiguracji absolutnej. Ustawienie progu nakładania na 0 oraz użycie jedynie pliku HKLF4 głównego komponentu do udokładnienia struktury całkowicie rozwiązało problem. W tym ustawieniu program po prostu odrzucił wszystkie przypadki nakładania się odbić i w ten sposób usunął wszystkie tego typu odbicia
z pliku HKLF4.

Dodatkowe wyjątkowe opcje w przypadku bliźniaków są następujące. Opcja rozdziału skali dla wszystkich bliźniaczych komponentów (**Separate scales for all twin components)** pozwala na zastosowanie różnych modeli skalowania dla każdego z bliźniaków. W niektórych przypadkach daje to znaczącą poprawę jakości danych. Opcja **Output multi HKLF4 file** tworzy kompletny zestaw danych przez zespolenie odbić z komponentów bliźniaczych. Przeprowadzane jest przy tym odpowiednie skalowanie intensywności odbić w celu odzwierciedlenia różnic w objętościach poszczególnych bliźniaków.

Można również użyć interaktywnego programu GRAL w połączeniu z danymi bliźniaczymi. Opcje **Remove lattice absent reflections from output HKL file** i **Remove space-group-absent reflections from output HKL file** pomogą w zapewnieniu większej ilości kompletnych danych w pliku hklf4, o ile ekstynkcja grup przestrzennych próbki jest wykrywalna.



**INFORMACJA**

**Często warto jest zrekonstruować obrazy precesyjne, aby móc bezpośrednio zaobserwować poziom nakładania się na siebie odbić bliźniaczych. Jest to także świetne narzędzie szkoleniowe do prezentowania zagadnienia zestawów danych bliźniaczych**

DC PROFFITRRP TWIN (1.0.9)
Twin data finalization
CrysAlis Pro
rrpprof files for twin finalization
Component #1 Browse Remove exp_511_twin1.rrpprof oP 7.614 7.789 10.653 90.02 90.03 89.97
Component #2 Browse Remove exp_511_twin2.rrpprof oP 7.612 7.790 10.652 90.00 89.96 89.97
Component #3 Browse Remove None LATTICE 3
Component #4 Browse Remove None LATTICE 4
Twin finalization log file (from previous run): exp_511.twinlog View log
Chemical formula
K C4 H5 O6 Z= 3.00
Edit formula
Lattice symmetry
Laue class: mmm Use Friedel mates as equivalent
Corrections
Twin decomposition
Full overlap threshold 0.800 Edit threshold
Override overlap threshold for HKLF4 export 0.800 Edit limit
scale3 abspack: scaling, uniformity, empirical absorption
Use ABSPACK Edit ABSPACK
Common scales for all twin components
Separate scales for all twin components
Numeric and spherical absorption correction
Apply absorption correction
n/a
9 faces + 14 corners = 21 edges + 2
Crystal with V=0.0458003mm^3 (r-eq=0.22195mm,μr=0.13660)
μ=0.61544mm-1
Show face list
Apply Spherical abs (μr)= 0.137
Export options
Data items in *.hkl files (HKLF4/HKLF5)
Beam path information (for absoprtion correction)/special formats:
Filters and lattice extinction filters
Resolution d-value (Ang): inf- 0.71 2theta (deg): 0.00- 60.00 Edit res limits
No filter use filter for: P-lattice
Filters 0 active filters
HKL file options
Use reflections from component 1 only
Output multi HKLF4 file containing data from twin 1 and:
Twin 2
Twin 3
Twin 4
Merging
Merge data using: the same Laue class
Remove outliers different Laue class mmm
Use Friedel mates as equivalent
Export CIF file Add hkl data to CIF (HKLF4 only)
Space group determination Options
Completeness (0.80 Ang) Edit res
Structure solution (AutoChem) Options
Update/overwrite hkl files in WinGX, Olex2 or/and AutoChem folders
Help OK Cancel

***Ilustracja 33 Panel finalizacji danych bliźniaczych***

## 9.6. Indeksowanie danych bliźniaczych w trudnych przypadkach

Jeżeli automatyczne procedury nie dadzą sobie rady ze zindeksowaniem kryształów bliźniaczych, zawsze można spróbować ręcznego indeksowania przy użyciu opcji indeksowania przez zakreślenie (**drag-index**) opisanej przy okazji objaśniania modułu Ewald explorer. Znajdowanie wzorów sieci przestrzennych jest ułatwione dzięki projekcji stereograficznej.

Obróć diagram projekcji stereo przy użyciu przycisków strzałek do momentu aż linia sieci ustawi się pionowo lub poziomo. Na pasku histogramu w dolnym lewym rogu ekranu pojawi się maksimum. Jeśli odznaczysz pole wyboru projekcji stereograficznej, linie sieci przestrzennej powinny być uporządkowane i dzięki temu indeksowanie powinno stać się łatwiejsze.

# 10. Niewspółmierności

Struktura niewspółmierna, bądź modulowana, pochodzi z danych zawierających okresowe zaburzenie pozycji atomów (modulacja) i/lub prawdopodobieństwa obsadzenia atomów (modulacja gęstości). Wprowadza to wzrost liczby odbić satelitarnych obecnych dodatkowo obok głównej sieci przestrzennej. Odbicia satelitarne są często bardzo słabe i z tego powodu trudne do zaobserwowania. Największą szansę na zobaczenie tylu odbić satelitarnych ile jest możliwe daje zebranie danych przy zredukowanej szerokości skanowania (~0,5°) i z odpowiednim czasem ekspozycji. Zebranie danych o zwiększonej nadmiarowości jest także korzystne.

Film szkoleniowy demonstrujący na konkretnym przykładzie narzędzia obróbki danych niewspółmiernych można pobrać ze strony forum użytkowników urządzeń X-ray firmy Agilent forum.oxford-diffraction.com.

Film ten jest szczególnie przydatny w przypadku pierwszego kontaktu z narzędziami do obróbki danych tego typu.

Prawidłowe zidentyfikowanie sieci rodzicielskiej (parent lattice) w niewspółmiernym krysztale, jest często kluczem do poradzenia sobie ze zbiorami danych niewspółmiernych. Odnalezienie rodzicielskiej/głównej komórki elementarnej może być tak samo proste jak znalezienie komórki w zwyczajnym przypadku, jednak czasami może okazać się nieco trudniejsze. Takie struktury często bywają wysoce symetryczne, a co za tym idzie, pasujące do wielu różnych kombinacji sieci przestrzennych i komórek (dodatkowa obecność odbić satelitarnych sprawia, że jest to jeszcze bardziej skomplikowane).

Prostą techniką identyfikacji sieci rodzicielskiej jest filtrowanie odbić oparte na intensywności w celu odfiltrowania słabszych satelitów. Można tego dokonać używając modułu **Ewald explorer**:

1. Włącz filtr (**Skip filter)** i wybierz opcję **Intensity.**
2. Zaznacz opcję usunięcia słabych odbić (**Remove weak reflections**) i podnieś wartość progową. Słabe odbicia stopniowo zanikną.
3. Aby pominąć usunięte piki, wybierz zaznaczenie niewidocznych pików (**Mark invisible skip**) w menu **Flags.** Flaga "pominięte" (**skipped**) zostanie umieszczona obok odbić, których to dotyczy, w tabeli pików i piki te nie będą użyte do określania żadnej komórki elementarnej.
4. Spróbuj znaleźć odpowiednią komórkę elementarną z wysokim procentem dopasowania, starając się wybrać komórkę odnalezioną przy maksymalnej liczbie niepominiętych odbić.

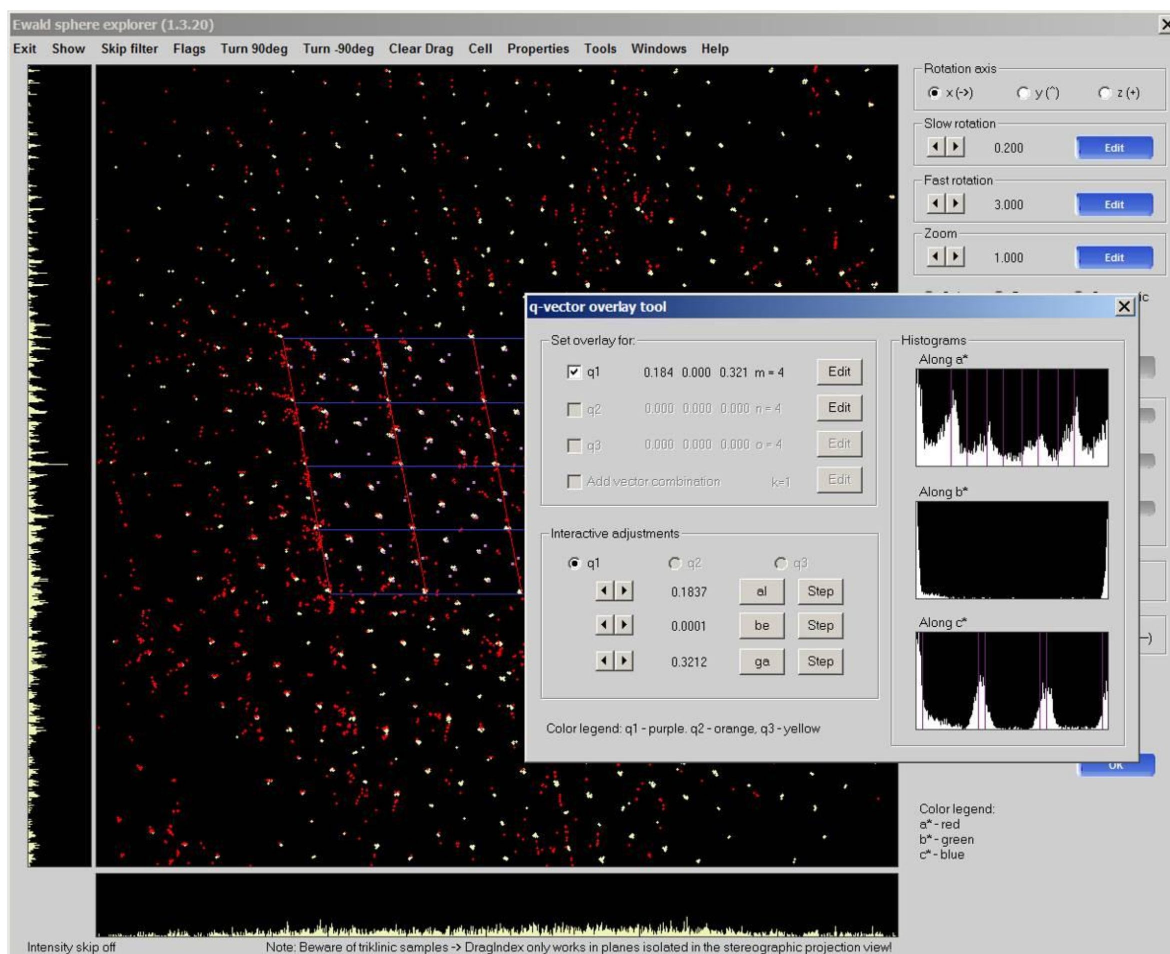
Widok **Gnomonic** w module **Ewald Explorer** połączony z funkcją indeksowania przez przeciągnięcie (**Drag indexing**) może także być użyty, jeżeli trudno jest porównać ze sobą różne komórki.

Na początku wykonaj standardową procedurę redukcji danych i spróbuj rozwiązać i udokładnić strukturę tak, jak w każdym zwykłym przypadku. Będzie to średnia struktura, bez wziętych pod uwagę żadnych modulacji.

Można poradzić sobie z niewspółmiernymi zestawami danych zawierającymi wektory q o maksymalnie 3 kierunkach. Próbki będące zarówno niewspółmierne jak i zbliźniaczone również mogą zostać rozwiązane. Najlepszą metodą na poszukiwanie potencjalnych pików satelitarnych jest użycie narzędzia **q-vector overlay** znajdującego się w module **Ewald Explorer**.

1. Kliknij ikonę **Windows** w pasku menu o wybierz opcję **Show q-vector overlay window** (Ilustracja 36).
2. Można zdefiniować maksymalnie 3 wektory q. Aby rozpocząć kliknij **Set overlay for q1** a następnie edytuj (**Edit**) współrzędne a b i c (z maksymalnym początkowym parametrem m/order 1) albo użyj narzędzia interaktywnego dopasowania (**Interactive adjustment**) i poprzesuwaj fioletowe miejsca nakładania w polu obrazu Ewalda.
3. Wektor q powinien być zdefiniowany tak, by punkty nakładania zgadzały się z tym co uważamy za odbicia satelitarne.

4. Kiedy początkowe nakładanie zostanie ustawione, przejdź do kreatora sieci przestrzennej i wybierz ikonę niewspółmierności (**Incommensurates/Quasi-crystals**). Będą tam wprowadzone: uporządkowanie (m max), tolerancja liczby hkl (crithkl) oraz współrzędne wektora q ze zdefiniowanego nakładania. Kliknij **OK**.




***Ilustracja 34 Ewald explorer – narzędzie q-vector overlay***

Wartości współrzędnych wektora q zostaną udokładnione, a wyjściowa informacja będzie dostępna pod menu tabeli pików z lewej strony okna kreatora sieci przestrzennej. Najważniejsze punkty, na które należy tam zwrócić uwagę to:

a. Czy % zindeksowanych odbić wzrósł?

b. Jak wiele (głównych odbić i satelitów q1) **Main reflections**, **q1 satellites** jest obecnych?

Drugie, trzecie, czwarte itd. uporządkowania mogą być także zbadane poprzez powrót do narzędzia **q-vector overlay**
i zwiększenie wartości m max dla satelitów q1. Przyjżyj się uważnie miejscom nakładania się odbić, a także histogramom
z prawej strony okna, aby zdecydować czy takie uporządkowania są sensowne.

1. Podnieś wartość m max o liczbę całkowitą (1 lub 2).

2. Powróć do kreatora sieci przestrzennej i udokładnij wartości wektorów q w ten sam sposób jak wcześniej.
3. Sprawdź, czy wzrósł % zindeksowanych odbić.
4. Przyjrzyj się wynikowi **By order** aby sprawdzić jak wiele satelitów 2. uporządkowania jest obecnych.
5. Jeżeli ta wartość wynosi zero, satelity te prawdopodobnie nie są obecne. Ustaw z powrotem wartość m max na 1
   i udokładnij raz jeszcze.
6. Jeżeli obecne są satelity 2. uporządkowania, użyj tej samej procedury do poszukiwania satelitów 3., 4. itd.

Kryształy z więcej niż jednym wektorem q występują stosunkowo rzadko, a próbki z trzema wektorami q (kwazikryształy 3d) zdarzają się niesłychanie rzadko. Dlatego w większości przypadków pojedyncze wektory (ewentualnie
z uporządkowaniem satelitów wyższym niż 1) są najbardziej warte rozpatrywania.

Kiedy otrzymamy odpowiednią tabele pików, może być ona specjalnie zapisana poprzez wybranie opcji **Save specific peak table only** znajdującej się pod przyciskiem informacji o zapisywaniu (**Save information**).

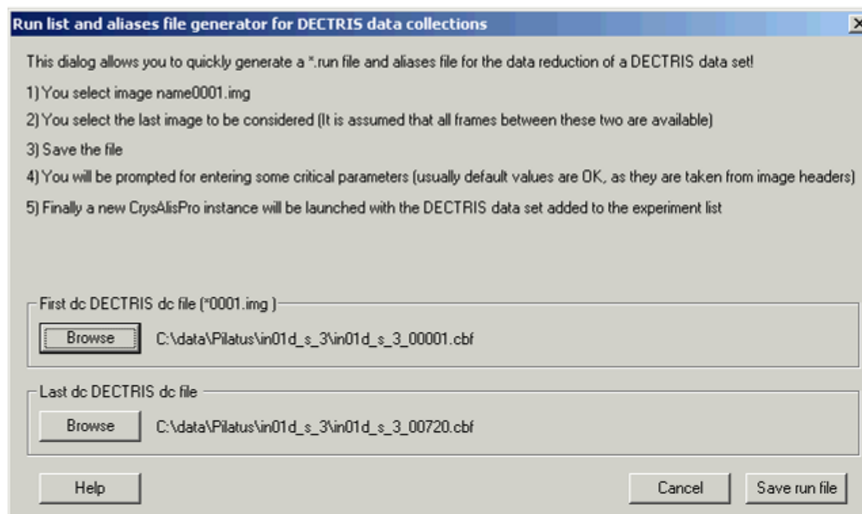
Dane będą musiały być potem zintegrowane przy użyciu redukcji danych z opcjami (**Data reduction with options**) w menu **START/STOP**.

1. Na pierwszym ekranie sparwdź, czy odpowiedni wektor q i uporządkowanie są zdefiniowane dla przypadków pojedynczego wektora q (**Single q-vector**).
2. W bardziej skomplikowanych przypadkach wybierz **Other (reduction list)** i **Generate** do wygenerowania listy hkl.
3. Moduł redukcji danych stworzy plik hklm w przypadku pojedynczego wektora q (hklmn dla 2-d i hklmno dla 3-d). Więcej, bardziej zaawansowanych narzędzi jest dostępnych w oknie **Generate**.
4. Przejdź przez dalsze ekrany okna **Data reduction with options** wybierając standardowe ustawienia, nadając wynikowi odpowiednią nazwę systematyczną.
5. Kliknij **Finish**.
6. Wszystkie stworzone pliki są kompatybilne z programem Jana (patrz sekcja **4.4.15**), używanym do udokładniania struktur modelowanych.

# 11. Formaty ramek zewnętrznych detektorów

## 11.1. Dectris

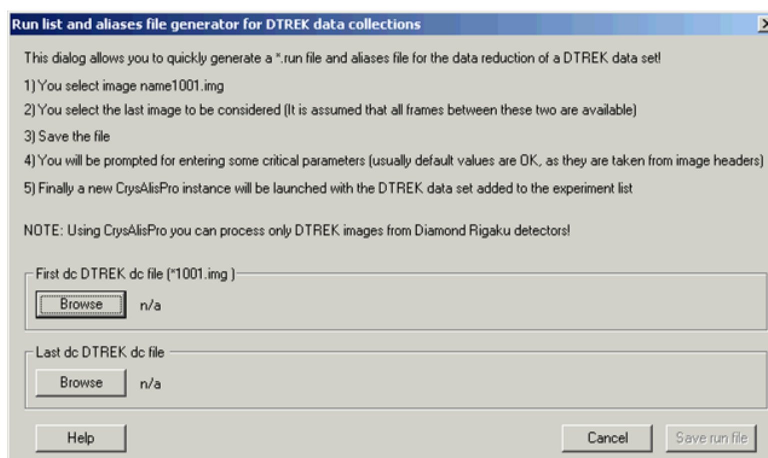
CrysAlis$^{Pro}$ obsługuje już obróbkę ramek detektorów Dectris. Obecnie wprowadzona jest jedynie obsługa detektora Swiss Light Source 6M. Program automatycznie radzi sobie ze szczelinami detektora.




***Ilustracja 35 Generator listy przebiegu dla detektorów Dectris***

## 11.2. Rigaku

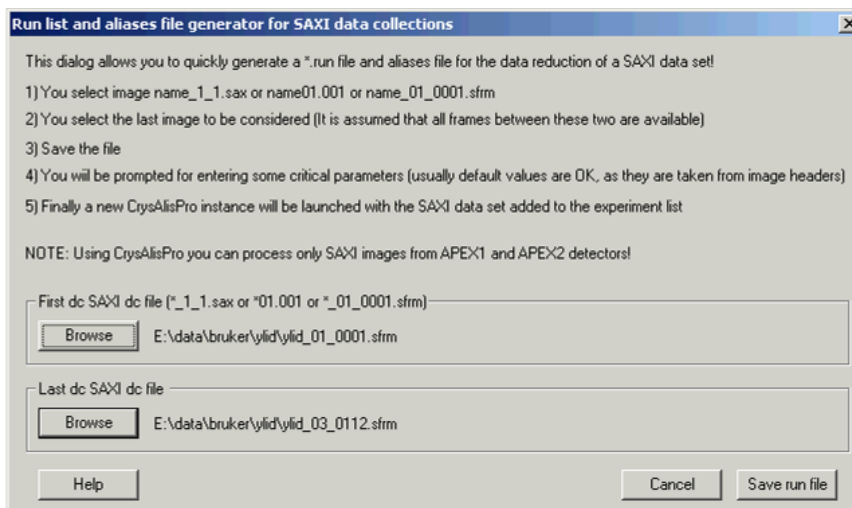
CrysAlis$^{Pro}$ obsługuje już obróbkę ramek obrazu w formacie d*trek firmy Rigaku.




***Ilustracja 36 Generator listy przebiegu dla formatu obrazu d*trek.***

# 11.3. SAXI

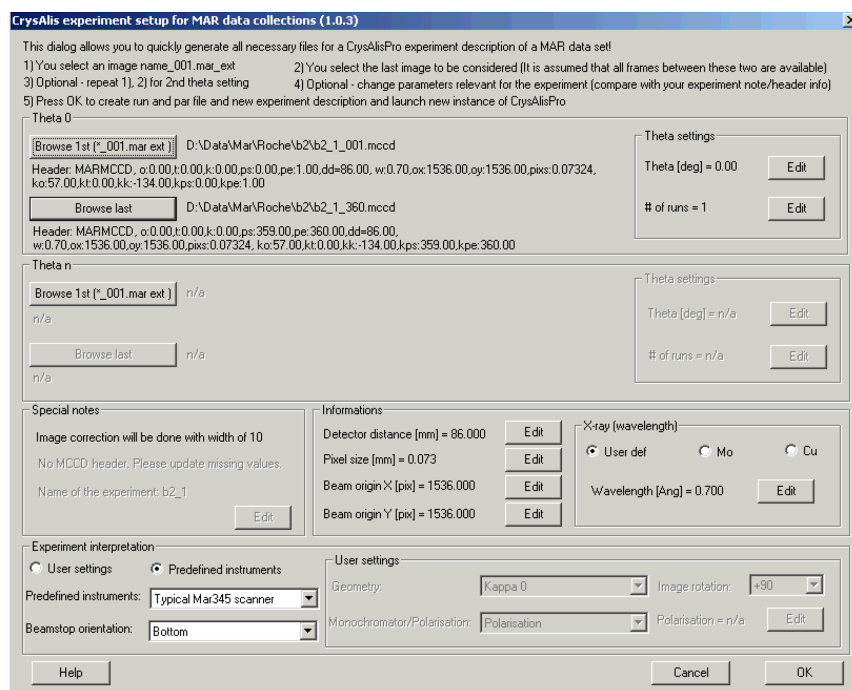
Dane z formatów Bruker AXS-saxi mogą również być przetwarzane przy użyciu CrysAlis$^{Pro}$:




***Ilustracja 37 Generator listy przebiegu dla urządzeń SAXI***

# 11.4. MAR

Dane z płyt rejestrujących MAR i niektórych detektorów CCD MAR CCD (np. MARCCD 165) mogą być przetwarzane przy użyciu CrysAlis$^{Pro}$:




***Ilustracja 38 Generator listy przebiegu dla urządzeń MAR***

# Załącznik

## Struktura katalogu

Proram CrysAlis$^{Pro}$ instaluje się w następujących katalogach:

**Katalog Program files directory** (zazwyczaj C:\)

**Katalog Główny: Xcalibur** (zazwyczaj C:\Xcalibur)

**Katalog Korekcji** (\corrections)

**Katalog Pozycji** (\nazwa_pozycji)

*.ffi, *.par, *.ccd and *.geo pliki korekcyjne files. Te pliki odpowiadają za ustawienie urządzenia

**Katalog Rejestru** (\log)

*.log. Ten katalog zawiera rejestry błędów programu, które są potrzebne do śledzenia tych błędów

**Katalog Macro** (\macro)

*.mac. Ten katalog zawiera makra CrysAlis używane do automatyzacji wykonywanych zadań

**Katalog Główny Applikacji** (\CrysAlisXXX)

*.exe, *.dll, *.vxd/*.sys. Ten katalod zawiera pliki wykonywalne CrysAlis oraz sterowniki

**Katalog Darkimages** (\darkimages)

*.img. Ten katalog zawiera ciemne obrazy CrysAlis dark, które są rejestrowane w trakcie sesji CrysAlis CCD

**Katalog Uruchamiania i plików ustawień zdefiniowanych przez użytkownika (**\CrysAlisINI)

Ten katalog zawiera pliki instalacyjne i pliki zdefiniowanych ustawień programów CrysAlis, ODBench i ODShell

**Katalog programu ODShel** (\ODshelEXE)

Jest to folder wykonywalny, zawierający program ODShel software. Jest to program powłoki systemowej do rozwiązywania i udokładniania struktur

Typowy folder eksperymentu będzie posiadał następującą strukturę:

**Katalog główny Experymentu** (C:\Xcaliburdata\nazwa_eksperymentu)

Ten katalog zawiera ważne pliki definiujące eksperyment takie jak: *.par, *.run, *.ffiinffit, *.ffi, *.tab, *.rrpprof, *.ccd, *.geo, *.gon*.sum, *.cif, *.ins, *.hkl itd. z których wszystkie są wymagane, aby otworzyć eksperyment.

**Katalog Expinfo** (\expinfo)

Zawiera pliki *.ini z informacjami dotyczącymi niektórych wyjątkowych dla danego eksperymentu ustawień.

**Katalog Frames**

Zawiera wszystkie ramki w formacie *.img.

**Katalog Log**

Zawiera rejestry wątków CCD, RED i USER w formacie *.txt.

**Katalog Movie**

Zawiera obrazy w formacie*.jpg zarejestrowane jako obracający się film kryształu.

**Katalog Plotsdc**

Pliki *.dat zawierające informacje zarejestrowane z różnych urządzeń znajdujących się w systemie.

**Katalog Plotsred**

Pliki*.dat zawierają informacje o skalowaniu, $R_{int}$ i innych funkcjach zintegrowanego generowania danych.

**Katalog Struct**

Katalog do gromadzenia plików odnajdywania i udokłądniania struktury.

**Katalog Tmp**

Printed in Poland, September 2011



Agilent Technologies